

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC EN ABITIBI TÉMISCAMINGUE

ÉCOLE DE GÉNIE

**POTENTIEL DES FIBRES DE BOIS TORRÉFIÉES POUR LA FABRICATION DE
COMPOSITES BOIS-POLYMÈRE**

MÉMOIRE

PRÉSENTÉ

COMME EXIGENCE PARTIELLE

DE LA MAÎTRISE EN INGÉNIERIE

PAR

RAMZI AYADI

FÉVRIER 2018



Cégep de l'Abitibi-Témiscamingue
Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue

Mise en garde

La bibliothèque du Cégep de l'Abitibi-Témiscamingue et de l'Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue a obtenu l'autorisation de l'auteur de ce document afin de diffuser, dans un but non lucratif, une copie de son œuvre dans Depositum, site d'archives numériques, gratuit et accessible à tous.

L'auteur conserve néanmoins ses droits de propriété intellectuelle, dont son droit d'auteur, sur cette œuvre. Il est donc interdit de reproduire ou de publier en totalité ou en partie ce document sans l'autorisation de l'auteur.

Warning

The library of the Cégep de l'Abitibi-Témiscamingue and the Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue obtained the permission of the author to use a copy of this document for non-profit purposes in order to put it in the open archives Depositum, which is free and accessible to all.

The author retains ownership of the copyright on this document. Neither the whole document, nor substantial extracts from it, may be printed or otherwise reproduced without the author's permission.

REMERCIEMENTS

Je tiens tout d'abord à remercier Monsieur Ahmed KOUBAA, Professeur chercheur à l'Université du Québec en Abitibi Témiscamingue et Directeur scientifique du laboratoire de biomatériaux, de m'avoir donné l'occasion de faire ce projet de recherche, pour ses conseils ainsi que pour tout l'encadrement et le soutien nécessaire tout au long du projet et de la rédaction de ce mémoire.

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude à monsieur Sébastien MIGNEAULT, Professeur chercheur au Laboratoire de biomatériaux, pour toute l'aide qu'il m'a apportée pour me familiariser avec l'équipement du laboratoire et pour ses conseils pertinents.

Mes remerciements vont également à Monsieur Hassine BOUAFIF, directeur général du CTRI de m'avoir accueilli dans son laboratoire et pour la confiance et la liberté de travail qu'il m'a accordées tout au long de ce projet.

Je tiens également à remercier la Chaire de recherche du Canada en valorisation, caractérisation et transformation du bois, le programme des bourses MITACS et le Conseil de Recherche en sciences naturelles et en Génie du Canada (CRSNG) pour l'aide financière accordée pour la réalisation du présent travail.

Je tiens à remercier aussi tous mes collègues ayant contribué de près ou de loin au projet de maîtrise et plus spécifiquement mes parents, ma famille et mes amis pour tous les moments agréables, leur respect et le soutien moral, qui contribuent grandement à ma réussite et mon épanouissement personnel.

TABLE DES MATIÈRES

| | |
|---|-------------|
| REMERCIEMENTS | II |
| TABLE DES MATIÈRES..... | III |
| LISTE DES FIGURES | VI |
| LISTE DES TABLEAUX | XII |
| RÉSUMÉ | XIII |
| ABSTRACT | XIV |
| INTRODUCTION..... | 1 |
| 1. CHAPITRE I..... | 3 |
| 1. REVUE DE LA LITTÉRATURE | 3 |
| 1.1. Les composites bois-polymère (CBP)..... | 3 |
| 1.1.1. Domaine d'application..... | 3 |
| 1.1.2. Les techniques de fabrication des CBP..... | 5 |
| 1.1.2.1. L'extrusion..... | 6 |
| 1.1.2.2. L'injection..... | 6 |
| 1.2. Matière première | 8 |
| 1.2.1. Les matrices polymères..... | 8 |
| 1.2.1.1. Les thermodurcissables..... | 9 |
| 1.2.1.2. Les élastomères..... | 9 |
| 1.2.1.3. Les thermoplastiques | 10 |
| 1.2.2. Les fibres de bois | 11 |
| 1.2.2.1 La cellulose | 12 |
| 1.2.2.2 Les hémicelluloses..... | 14 |
| 1.2.2.3 La lignine | 15 |
| 1.2.3. Les agents de couplage | 16 |
| 1.3. Traitements thermiques des fibres..... | 17 |
| 1.3.1. La torréfaction..... | 19 |
| 1.3.2. Mécanisme de torréfaction (technologie CarbonFX de AIREX)..... | 20 |

| | | |
|-------------|---|-----------|
| 1.3.3. | Effet du traitement thermique des fibres de bois sur les propriétés physico-mécaniques des composites bois-polymère | 21 |
| 1.3.4. | Effet du traitement thermique des fibres de bois sur l'hydrophobicité et la chimie de surface des composites bois-polymère..... | 22 |
| 1.4. | Variation des propriétés des CBP en fonction des caractéristiques des fibres | 24 |
| 1.4.1 | Propriétés morphologiques | 24 |
| 1.4.2 | Propriétés physiques | 25 |
| 1.4.3 | Propriétés mécaniques | 27 |
| 1.4.4 | Propriétés thermiques..... | 29 |
| 1.4.5 | Propriétés rhéologiques..... | 30 |
| 1. | CHAPITRE II..... | 33 |
| 2. | APPROCHE MÉTHODOLOGIQUE | 33 |
| 2.1. | Objectifs du travail et hypothèse de la recherche..... | 33 |
| 2.2. | Matériel et méthodes | 33 |
| 2.2.1. | Préparation des fibres..... | 33 |
| 2.2.2. | Préparation des composites..... | 35 |
| 2.2.3. | Caractérisation des fibres | 36 |
| 2.2.4. | Caractérisation des composites bois-polymère | 37 |
| 2.2.4.1. | Caractérisation des propriétés mécaniques..... | 37 |
| 2.2.4.2. | Caractérisation des propriétés physiques..... | 42 |
| 2.2.4.3. | Caractérisation des propriétés de la surface..... | 46 |
| 2.2.4.4. | Caractérisation des propriétés thermiques | 47 |
| 2.2.4.5. | Caractérisation des propriétés rhéologiques | 49 |
| 2.2.5. | Analyse statistique des résultats..... | 53 |
| | CHAPITRE III..... | 54 |
| 1.3. | RÉSULTATS ET DISCUSSIONS | 54 |
| 3.1 | Propriétés mécaniques..... | 54 |

| | | |
|--|--|------------|
| 3.2 | Propriétés physiques..... | 61 |
| 3.2.1. | Masse volumique | 62 |
| 3.2.2. | Absorption d'eau..... | 63 |
| 3.2.3. | Angle de contact- mouillabilité..... | 67 |
| 3.3 | Propriétés morphologiques..... | 69 |
| 3.4 | La chimie de surface | 73 |
| 3.5 | Propriétés thermiques..... | 81 |
| 3.5.1 | Calorimétrie différentielle à balayage (DSC) | 81 |
| 3.5.2 | Analyse thermogravimétrique (TGA)..... | 84 |
| 3.6 | Propriétés rhéologiques | 88 |
| 3.6.1 | Rhéomètre à torque | 88 |
| 3.6.2 | Rhéomètre rotatif | 92 |
| 3.6.2.1 | Spectre mécanique..... | 92 |
| 3.6.2.2 | Viscosité complexe | 95 |
| CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS..... | | 97 |
| 4.1. | Conclusions | 97 |
| 4.2. | Perspectives et recommandations..... | 99 |
| RÉFÉRENCES..... | | 100 |
| ANNEXES..... | | 112 |

LISTE DES FIGURES

| | |
|--|----|
| Figure 1.1: Les champs d'application du CBP en Europe en 2012 (Nova, 2014)..... | 5 |
| Figure 1.2: Extrudeuse mono-vis (Trotignon, 1996). | 6 |
| Figure 1.3: Principe de fonctionnement d'une presse d'injection de plastique (Chinniah et al., 2014) | 7 |
| Figure 1.4: Composition de la paroi cellulaire (Jozsa et Middleton, 1994)..... | 12 |
| Figure 1.5: Formule chimique de la cellulose..... | 13 |
| Figure 1.6: Structures partielles des principales hémicelluloses du bois (A) acétyl-4- O-methylglucuronoxylan de feuillus; (B) O-acétyl-galactoglucomannan de résineux (Salisbury et Ross, 1992). | 14 |
| Figure 1.7: Structure partielle de la lignine de résineux (Salisbury et Ross, 1992).... | 15 |
| Figure 1.8: Lien mono-ester (a) et di-ester (b) formé par le PEMA et les groupements hydroxyles du bois ou de la cellulose (Carlborn et Matuana, 2006) | 17 |
| Figure 1.9: Schéma de la technologie CarbonFX de AIREX (WSP et al., 2014)..... | 21 |
| Figure 1.10: image obtenue à l'aide de microscope électronique à balayage (MEB) des CBP à base de différentes espèces du bois ; bonne adhésion entre la fibre et la matrice (A); les microfibrilles (B); mauvaise adhésion entre la fibre et la matrice (C) (Migneault et al., 2015)..... | 25 |
| Figure 1.11: Variation dans le module d'élasticité en flexion et à la traction (a) et à la résistance maximale en flexion et à la traction en fonction d'espèce de bois pour les CBP à base de PEHD espèce (Bouafif et al., 2009)..... | 28 |
| Figure 1.12: Analyse thermogravimétrique des CBP sous différents teneurs en fibres et polymère (Tufan et al., 2016b)..... | 30 |
| Figure 1.13: Évolution des modules de stockage et de perte des CBP PEHD/sciures fines à 170°C (Godard et al., 2008) | 32 |
| Figure 1.14: Viscosité complexe des CBP PEHD/sciures fines à 170°C (Godard et al., 2008) | 32 |
| Figure 2.1: Unité de torréfaction de l'entreprise Airex (WSP et al., 2014)..... | 34 |

| | |
|--|----|
| Figure 2.2: Exemple de fibres de bois torréfiées à 315°C ; (a) fibres fournies par l'entreprise ; (b) fibres classifiées en une seule classe de longueur..... | 34 |
| Figure 2.3: Éprouvettes d'essais normalisées. A) pour la stabilité dimensionnelle ; B) pour le test d'impact; C) pour le test de traction ; D) pour le test de flexion | 35 |
| Figure 2.4: presse à injection Arburg 370A (Naitove., 2010) | 35 |
| Figure 2.5: IRTracer-100 de la compagnie Shimadzu | 36 |
| Figure 2.6: microscope à LASER Keyence VK-X150 | 37 |
| Figure 2.7: Machine d'essai universelle Zwick/Roell Z020 de capacité 20 kN avec le dispositif d'essai de traction..... | 40 |
| Figure 2.8: Dispositif d'essai de flexion | 40 |
| Figure 2.9: Machine Zwick/Roell, modèle HIT.5P utilisée pour l'essai d'impact | 42 |
| Figure 2.10: Machine de mesure de densité QMS modèle QTRS-01X..... | 43 |
| Figure 2.11: Illustration des angles de contact formés par des liquides sessiles sur une surface solide homogène avec (a) faible mouillabilité; (b) mouillabilité moyenne; (c) une mouillabilité élevée (Yuan et Lee, 2013)..... | 45 |
| Figure 2.12: Goniomètre de marque DataPhysics, modèle OCA 15EC | 46 |
| Figure 2.13: Microscope électronique à balayage (MEB) | 47 |
| Figure 2.14: Analyseur calorimétrique différentielle à balayage, modèle Q20 de TA instrument | 48 |
| Figure 2.15: Analyseur thermogravimétrique (TGA) TA instrument Q50..... | 49 |
| Figure 2.16: Rhéomètre à couple Haake Rheomix 3000p | 50 |
| Figure 2.17: Comportement d'un polymère dans un rhéomètre à torque (Soucy, 2007) | 50 |
| Figure 2.18: modèle de rhéomètre plaque rotative; (a) un cylindre concentrique, (b) cône et plaque, (c) plaques parallèles et (d) torsion rectangulaire (Talimi, 2011)..... | 51 |
| Figure 2.19: Rhéomètre rotative MCR 302, Anton Paar | 52 |

| | |
|--|----|
| Figure 3.1: Variation du MOR en traction des CBP de différents taux de fibres en fonction de la température du traitement | 56 |
| Figure 3.2: Variation du module d'élasticité en traction des CBP de différents taux de fibres en fonction de la température du traitement. | 58 |
| Figure 3.3: Comparaison de la déformation maximale en traction des CBP de différents taux de fibres entre PEHD et PP en fonction de la température du traitement | 58 |
| Figure 3.4: Comparaison de l'énergie d'impact des CBP de différents taux de fibres entre PEHD et PP en fonction de la température du traitement..... | 59 |
| Figure 3.5: Modules de rupture en flexion des CBP de différents taux de fibres en fonction de la température du traitement. | 59 |
| Figure 3.6: Modules d'élasticité en flexion des CBP de différents taux de fibres en fonction de la température du traitement. | 60 |
| Figure 3.7: Comparaison de la déformation maximale en flexion des CBP à différents taux de fibres entre PEHD et PP et à différentes températures du traitement. | 60 |
| Figure 3.8: La masse volumique des CBP en fonction de la température de torréfaction..... | 62 |
| Figure 3.9: Comparaison entre le gain massique et le gonflement volumique des CBP avec une matrice de PEHD et différents taux de fibres en fonction de la température du traitement après 6 mois d'immersion dans l'eau..... | 64 |
| Figure 3.10: Évolution du gonflement volumique des CBP (PEHD) produits avec 30% de fibres traitées à différentes températures et différents temps d'immersion.... | 64 |
| Figure 3.11: Évolution du gonflement volumique des CBP (PEHD) du 40% de fibres traitées à différentes températures et différents temps d'immersion. | 65 |
| Figure 3.12: Évolution du gonflement volumique des CBP (PEHD) de 50% de fibres traitées à différentes températures en fonction du temps d'immersion | 65 |
| Figure 3.13: Gain massique des CBP (PEHD) du 50% de fibres à différentes températures de traitement en fonction du temps d'immersion. | 66 |
| Figure 3.14: Effet du type de polymère sur le gain massique et le gonflement volumique des CBP du 50% de fibres après 6 mois d'immersion dans l'eau | 66 |

| | |
|--|----|
| Figure 3.15: (a) Effet de la température de traitement sur l'angle de contact dans des CBP remplis de 50% en fibres ; (b) Effet de l'ajout des fibres traitées sur l'angle de contact dans des CBP à base de fibres traitées à 400°C. | 68 |
| Figure 3.16: Relation entre l'absorption d'eau est l'angle de contact pour chaque teneur en fibres (a) et pour chaque température de torréfaction (b)..... | 69 |
| Figure 3.17: Image de microscopie électronique à balayage (MEB) du (PEHD ; 40% Fibres ; non traitée)..... | 70 |
| Figure 3.18: Image de microscopie électronique à balayage (MEB) du CBP (PEHD ; 40% Fibres ; 315°C)..... | 71 |
| Figure 3.19: Image de microscopie électronique à balayage (MEB) des CBP..... | 71 |
| Figure 3.20: Images de microscopie au LASER des fibres de bois non traitées (a) et traitées à 400°C (b) | 73 |
| Figure 3.21: Spectre des fibres d'épinette noire (EPN) non traitées (a), torréfiées à 315°C (b), 400°C (c) et 445°C (d)..... | 76 |
| Figure 3.22: Spectres FTIR des CBP à base de PP remplis avec des fibres torréfiées à 445°C avec des proportions de 0% (a), 30% (b), 40% (c) et 50% (d)..... | 77 |
| Figure 3.23: Spectres FTIR des CBP à base de PEHD remplis avec des fibres torréfiées à 445°C avec des proportions de 0% (a), 30% (b), 40% (c) et 50% (d) | 78 |
| Figure 3.24: Spectres FTIR du PP brut (a) et du témoin (b), du CBP à base de PP remplis avec 50% de fibres torréfiées à 315°C (c), 400°C (d) et 445°C (e)..... | 79 |
| Figure 3.25: Spectres FTIR du PEHD brut (a) et du témoin (b), du CBP avec une matrice de PEHD remplis avec 50% de fibres torréfiées à 315°C (c), 400°C (d) et 445°C (e) | 80 |
| Figure 3.26: Les enthalpies de cristallisation (ΔH_c) et de fusion (ΔH_m) des CBP avec une matrice de PEHD en fonction de la température du traitement..... | 82 |
| Figure 3.27: Les enthalpies de cristallisation (ΔH_c) et de fusion (ΔH_m) des CBP avec une matrice de PP en fonction de la température du traitement..... | 82 |
| Figure 3.28: Taux de cristallinité (X_c) des CBP avec une matrice PEHD en fonction de la température du traitement..... | 83 |

| | |
|--|----|
| Figure 3.29: Taux de cristallinité (X_c) des CBP avec une matrice de PP en fonction de la température du traitement..... | 83 |
| Figure 3.30: Résultats de l'essai thermogravimétrique sur les CBP avec une matrice de PEHD de 30% de teneur en fibres traitées à différentes températures..... | 85 |
| Figure 3.31: Résultats de l'essai thermogravimétrique sur les CBP fabriqués avec le PP de 50% de teneur en fibres traitées à différentes températures | 85 |
| Figure 3.32: La dérivée des résultats de l'essai thermogravimétrique sur les CBP avec une matrice de PEHD et différents taux de fibres traitées à différentes températures | 86 |
| Figure 3.33: Effet de la proportion des fibres sur la stabilité thermique des CBP..... | 87 |
| Figure 3.34: Température de début de dégradation des CBP en fonction de la température du traitement. | 87 |
| Figure 3.35: Effet du type de polymère sur les courbes du rhéomètre à couple pour des CBP remplis de 40% de fibres torréfiées à 400°C. | 89 |
| Figure 3.36: Effet du taux de fibres torréfiées à 400°C sur le couple maximal pour des CBP avec une matrice de PP..... | 90 |
| Figure 3.37: Effet du taux de fibres sur l'énergie mécanique pour des CBP avec une matrice de PP. | 90 |
| Figure 3.38: Effet de la température de traitement des fibres sur le couple maximal pour des CBP de 40% de fibres. | 91 |
| Figure 3.39: Effet de la température de traitement des fibres sur le couple de stabilisation pour des CBP de 40% de fibres. | 91 |
| Figure 3.40: Effet de la température de traitement des fibres sur l'énergie mécanique. | 92 |
| Figure 3.41: Effet de la proportion des fibres non traitées (a) et des fibres torréfiées à 400°C (b) sur les modules de stockage (G' ○) et de perte (G'' ●) des CBP à base de PP | 93 |
| Figure 3.42: Effet de la température de torréfaction sur les modules de stockage (G' ○) et de perte et (G'' ●) des CBP à base de PEHD et de 40% de fibres..... | 94 |
| Figure 3.43: Effet du polymère sur les modules de stockage G' (○) et de perte G'' (●) dans des CBP à base de fibres non traitées (a) et torréfiées à 400°C (b)..... | 94 |

Figure 3.44: Variation de la viscosité complexe des CBP à base de PP en fonction de la proportion et le type des fibres : a) non traitées et b) torréfiées à 400°C..... 95

Figure 3.45: Variation de la viscosité complexe des CBP à base de PEHD et 40% de fibres en fonction de la température de torréfaction. 96

Figure 3.46: Effet du type du polymère sur la viscosité complexe dans des CBP renforcés de 40% de fibres non traitées (a) et torréfiées à 400°C (b). 96

LISTE DES TABLEAUX

| | |
|---|----|
| Tableau 1.1: Absorption d'eau dans les CBP après 4 mois d'immersion dans l'eau (Tufan et al., 2016b)..... | 27 |
| Tableau 2.1 : Description des essais physiques et mécaniques réalisés sur les CBP.. | 38 |
| Tableau 3.1 :Résultats des analyses de variance (valeur F) pour les propriétés mécaniques..... | 57 |
| Tableau 3.2 :Résultats des analyses de variance (valeur F) pour les propriétés physiques..... | 61 |
| Tableau 3.3 : Masse volumique des CBP | 72 |
| Tableau 3.4 :Récapitulations des bandes d'absorption FTIR et leurs liaisons | 75 |

RÉSUMÉ

La torréfaction est un traitement thermique du bois en absence d'oxygène qui modifie ses propriétés physiques et chimiques. Le bois torréfié acquiert une résistance à l'action fongique et des insectes. L'utilisation de ce traitement améliore la durabilité du bois et la stabilité dimensionnelle. L'objectif de ce travail est d'évaluer le potentiel des fibres torréfiées à différentes températures pour la production de composites bois-polymère (CBP).

Les composites ont été préparés à partir des fibres torréfiées de l'épinette noire à 3 températures (315°C, 400°C et 445°C), et de 2 polymères ; le polypropylène (PP) et le polyéthylène haute densité (PEHD). Les proportions de fibres utilisées pour les formulations sont de 0%, de 30%, de 40% et de 50% en poids. Un témoin (fibres non traitées) a été utilisé pour évaluer le potentiel de la torréfaction. Plusieurs tests ont été réalisés pour évaluer les CBP à savoir; la traction, la flexion, l'impact, le gain massique, le gonflement volumique, l'angle de contact, l'analyse Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier, l'analyse microscopique à balayage (FTIR) et à laser, la densimétrie à rayon X, le rhéomètre à torque, le rhéomètre rotatif, l'analyse thermogravimétrique (TGA) et la calorimétrie à balayage différentielle (DSC).

Les résultats montrent que les propriétés mécaniques ont été réduites du fait de la torréfaction des fibres. La torréfaction à 445°C a donné des valeurs de résistance à la traction et à la flexion proche à celle du polymère suite à l'absence de l'effet de l'agent de couplage. Les observations microstructurales ont montré que l'adhésion entre les fibres de bois et le polymère a été diminuée à cause de la disparition des groupements hydroxyle, ce qui est considéré comme étant la cause principale de l'amélioration de la stabilité dimensionnelle et de la diminution des propriétés mécaniques des CBP. La torréfaction du bois a rendu les CBP très résistant à l'eau. En effet, les CBP avec du bois torréfié à 445°C ont montré un faible gain massique et un gonflement volumique négligeable. Comme prévu, les mesures d'angle de contact ont montré que la torréfaction a augmenté l'hydrophobicité des CBP. Au niveau du type du polymère, les CBP avec une matrice de PEHD ont montré des meilleures propriétés physiques, morphologiques et rhéologiques par rapport aux CBP avec une matrice de PP. Ceci est liée à la faible viscosité du PEHD qui lui permet de remplir les pores dans le bois torréfié. Finalement, les CBP faits avec des fibres torréfiées sont plus faciles de mettre en forme et sont plus stables thermiquement que les CBP faits avec des fibres non traitées.

Mots clés : Fibre de bois, composite bois-polymère, bois torréfié, biochar, caractérisation de CBP, propriétés physico-mécaniques, hygroscopicité et chimie de surface.

ABSTRACT

Torrefaction is a heat treatment to modify the physical and chemical properties of a material. Torrefied wood gains resistance to fungal diseases and insects. This treatment improves the wood durability and dimensional stability. The objective of this study was to evaluate the potential of torrefied wood fibers at different temperatures to produce wood-plastic composites (WPC).

Black spruce wood particles were torrefied at three different temperatures (315°C, 400°C and 445°C) and used to produce polypropylene (PP) and high-density polyethylene (HDPE) WPCs. Composites were produced using three fiber loads (30, 40, and 50 wt%) of heat-treated and untreated wood fibers. A control specimen is used for better evaluation of the torrefied fibers. Several tests were carried out to characterize the WPC namely; tensile, bending, impact, mass gain, volumetric swelling, contact angle, Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), scanning microscopic analysis and laser microscopy, X-RAY densitometry, torque rheometer, rotational rheometer, thermogravimetric analysis (TGA) and differential scanning calorimetry (DSC).

The results show that the mechanical properties have been reduced due to the torrefaction of the fibers. torrefaction at 445 °C shows that tensile and flexural strength values are close to that of the polymer due to lack of effect of the coupling agent. Microstructural observations indicated that WPC rupture was due to both fiber fracture and poor adhesion between the fiber and the polymer. The latter is due to the dissociation of the hydroxyl groups on the fiber surface, which is the main cause of the improvement of the dimensional stability and the decrease mechanical properties of WPC. The torrefaction of the wood has made the WPC very resistant to water. Indeed, WPC with torrefied wood at 445 °C showed a low mass gain and no volume swelling. As expected, contact angle measurements showed that torrefaction increased WPC hydrophobicity. However, WPC with HDPE matrix showed better physical, morphological and rheological properties than WPC with a PP matrix. This is related to the low viscosity of HDPE that allows it to fill pores in torrefied wood. Finally, WPC made with torrefied fibers are easier to shape and are more thermally stable than WPC made with untreated fibers.

Keywords: Wood fibers, wood-plastic composites, wood torrefaction, biochar, characterization of WPC, physico-mechanical properties, hydrophobicity and surface chemistry.

INTRODUCTION

Les composites bois-polymère (CBP) sont de nouveaux matériaux semi-structuraux utilisés dans les industries de composites thermoplastiques et du bois. Ils ont des avantages significatifs par rapport au bois massif dans les applications extérieures, telles que la stabilité dimensionnelle et la durabilité biologique.

Les matières lignocellulosiques offrent plusieurs avantages tels que la légèreté, la faible densité, le faible coût, les propriétés spécifiques élevées, la faible consommation d'énergie, et l'absence de résidus de production ou sous-produits toxiques lors de la combustion. Les thermoplastiques fondus et transformés à des températures inférieures à celle de la dégradation des matières lignocellulosiques, qui est d'environ 200°C, peuvent généralement être utilisés pour la fabrication de CBP (Chaharmahali et al., 2008; He et al., 2015).

Le principal inconvénient des CBP est la faible adhésion à l'interface entre la fibre et le polymère. L'incompatibilité entre le bois et la matrice polymère conduit à une mauvaise adhérence interfaciale qui fournit des voies pour l'absorption de l'humidité et l'attaque biologique; il en résulte des performances mécaniques faibles.

La fibre de carbone est souvent utilisée comme agent de renfort dans les composites à base de polymères thermoplastiques (Galetz et al., 2007). La fibre de bois torréfiée¹, très riche en carbone, pourrait améliorer substantiellement la stabilité dimensionnelle et les propriétés mécaniques des composites: en effet, les particules de bois peuvent être transformées en charbon par des traitements thermiques en absence d'oxygène (Ayrilmis et al., 2011). Le traitement de torréfaction permet de produire du charbon à des températures élevées similaires à celles utilisées pour la pyrolyse du bois. Le charbon n'est pas du carbone pur, mais une combinaison complexe de carbone et de

¹ Les termes biochar et fibres torréfiées ont été utilisées sans distinction dans le texte pour alléger la lecture.

goudron (Ishihara, 1999). Le potentiel des fibres de charbon et des fibres torréfiées pour la production de CBP a été peu étudié jusqu'à présent. Quelques études récentes ont évalué le potentiel du charbon pour les CBP (Ayrilmis et al., 2015; Kumar et al., 2013; Li et al., 2014). Ces études démontrent clairement que le charbon améliore substantiellement les propriétés mécaniques, la stabilité dimensionnelle et la stabilité thermique des CBP. À titre d'exemple, Li et al. (2014) rapportent des améliorations substantielles dans la stabilité thermique, la stabilité dimensionnelle et les propriétés mécaniques des composites de polyéthylène avec le charbon de bambou. Des résultats similaires ont été rapportés pour les composites à base de charbon de chêne (Kumar et al., 2013). Par ailleurs, la fibre torréfiée a le potentiel pour diverses applications, dont les panneaux à base de fibres de bois (Garcia et al., 2006) et les CBP (Ayrilmis et al., 2011) à cause notamment de leur caractère hydrophobe et leur stabilité thermique (Esteves et Pereira, 2008; Hill, 2007).

Ce travail vise à évaluer le potentiel des fibres torréfiées issues de l'épinette noire, la principale espèce de bois de l'Est du Canada pour la production de CBP. Plus spécifiquement, il vise à étudier l'effet du degré de torréfaction sur la stabilité thermique des fibres, et le comportement en service des CBP à base des fibres.

CHAPITRE I

REVUE DE LA LITTÉRATURE

1.1. Les composites bois-polymère (CBP)

Les composites bois-polymère sont composés de deux éléments principaux : le bois, qui représente l'élément de renfort, et le polymère, qui joue le rôle de matrice. Le but de ce mélange est d'obtenir un produit présentant certaines caractéristiques de ces deux ressources, telles que l'apparence du bois et la performance du plastique en milieu humide. En effet, les nouveaux types de biomatériaux comme les CBP sont devenus de plus en plus utilisés. Les causes sont nombreuses et diverses : la haute disponibilité et la durabilité, le faible entretien, la résistance mécanique acceptable, le faible coût, les bonnes propriétés de renforcement (Bengtsson et Oksman, 2006). Cependant, la raison la plus importante pour utiliser ce type de matériaux est celle environnementale; notamment la non-biodégradabilité et la pollution de la nature, ce qui a incité la plupart des pays à chercher une alternative pour les matériaux non renouvelables (El-Haggar et Kamel, 2011; Winandy et al., 2004). D'autres avantages peuvent être mentionnés dont la résistance contre la détérioration biologique, la disponibilité des résidus du bois et les bonnes propriétés thermiques (Wechsler et Hiziroglu, 2007).

1.1.1. Domaine d'application

Les avantages qu'offre le CBP ont conduit à une croissance de sa production (Adhikary et al., 2008). Les principaux motifs sont entre autres :

- Son moulage dans n'importe quel moule avec une variété de formes et d'angles; de sorte à donner le motif désiré (Takatani et al., 2008).
- Son usinage de la même manière que le bois, en utilisant le même équipement de coupe et de sciage (Wechsler et Hiziroglu, 2007; Winandy et al., 2004).

Divers produits de CBP sont disponibles sur le marché américain; remplaçant ainsi certains des produits de bois conventionnels tels que les planchers de pont extérieur, les planches de patio et les clôtures en bois (Winandy et al., 2004). Les CBP sont aussi utilisés pour la fabrication de balustrades, de bardages, de clôtures, de bancs de parc, de fenêtres et de cadres de portes, de panneaux et de mobilier d'intérieur (Winandy et al., 2004).

Les CBP peuvent remplacer les plastiques purs dans des applications nécessitant une augmentation de la rigidité, où l'élasticité des fibres de bois est presque 40 fois plus élevée que celle du polyéthylène (Bengtsson et Oksman, 2006). Le CBP possède souvent une meilleure performance thermique par rapport aux matières plastiques, ce qui pourrait permettre de l'utiliser dans nombreuses applications de construction structurale (Wechsler et Hiziroglu, 2007) et dans l'industrie automobile. En effet, le bois était la fibre naturelle la plus utilisée par l'industrie automobile européenne en 2012 (Nova, 2014). Les industries ont su tirer profit des réductions de poids et de coûts, des propriétés mécaniques et acoustiques améliorées et du caractère recyclable de ces composites (Mohanty et al., 2005).

L'analyse de Spivey (2011), évaluait le marché global des CBP à environ 2,4 millions de tonnes en 2011 avec une anticipation pour augmenter à près de 4,6 millions de tonnes métriques en 2016, soit un taux de croissance annuel de 13.8%. Le rapport du Grand view research (2016) a noté que le marché mondial des CBP devrait atteindre 9,77 milliards de dollars en 2024. La demande croissante des CBP dans l'industrie de la construction, en particulier dans les applications de terrasses, de clôtures et de moulures et parements, devrait être le principal moteur de la croissance du marché. En effet l'Amérique du Nord a été le plus grand segment du marché des CBP en 2015, représentant plus de 45% du volume global.

L'Europe est le troisième plus grand producteur des CBP dans le monde juste après l'Amérique de Nord et la Chine, avec une production annuelle de 260 000 tonnes (Nova 2014) en 2012. La figure 1.1 montre la répartition de cette production dans les divers domaines d'application.

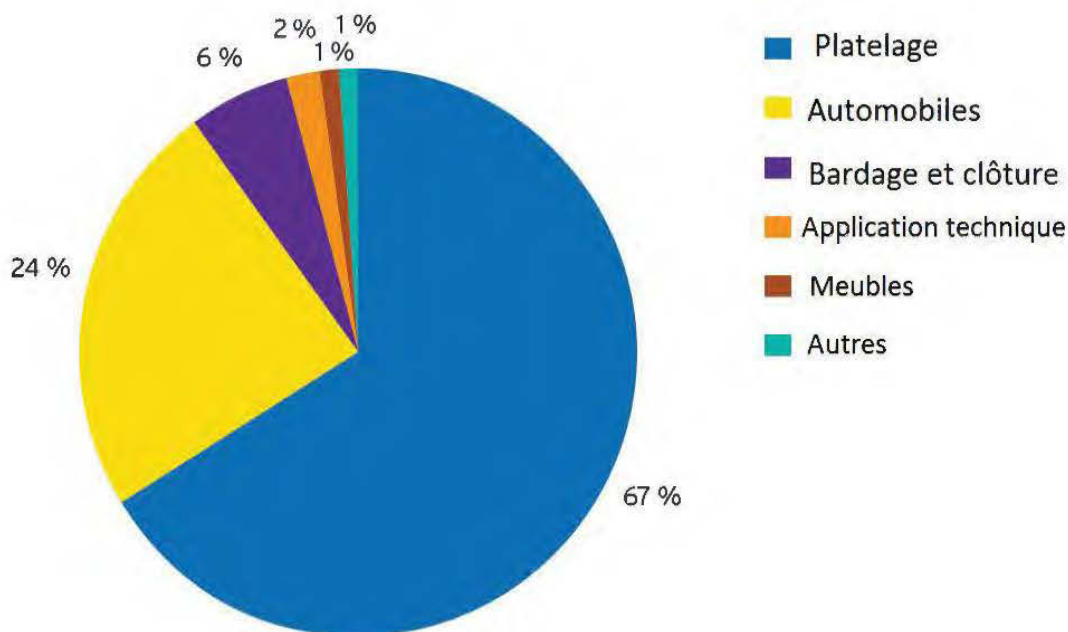


Figure 1.1: Les champs d'application du CBP en Europe en 2012 (Nova, 2014).

1.1.2. Les techniques de fabrication des CBP

Plusieurs méthodes et procédés ont été utilisés pour la mise en forme des CBP, parmi lesquels nous citons l'extrusion, l'injection, l'imprégnation, le thermoformage, la thermoconsolidation, le calandrage, la pultrusion, le rotomoulage, et le moulage par compression (Agassant et al., 1996; Youngquist, 1999). Dans ce qui suit, nous présentons celles les plus adoptées (Migneault et al., 2009).

1.1.2.1. L'extrusion

L'extrusion est un procédé par lequel les matières plastiques sous forme de granules sont transformées en produits tels que des tubes, des tiges, des films, des feuilles ou un produit d'une forme déterminée (Silva, 2011). Ce procédé est également utilisé comme technique pour mélanger des additifs, des charges à des polymères pour la modification des propriétés (Silva, 2011).

Les extrudeuses sont généralement constituées d'une ou de deux vis placées à l'intérieur d'un cylindre de plastification qui peut être chauffé ou refroidi pour obtenir le profil de température nécessaire. Principalement, l'extrudeuse se compose également d'une trémie pour le matériau et aussi les additifs, et une filière montée à la sortie pour la mise en forme du produit. La figure 1.2 illustre le principe de fonctionnement d'une extrudeuse mono vis. On utilise aussi ce procédé pour extruder des granulés qui seront ensuite utilisés pour alimenter une presse à injection ou autre machine de mise en forme.

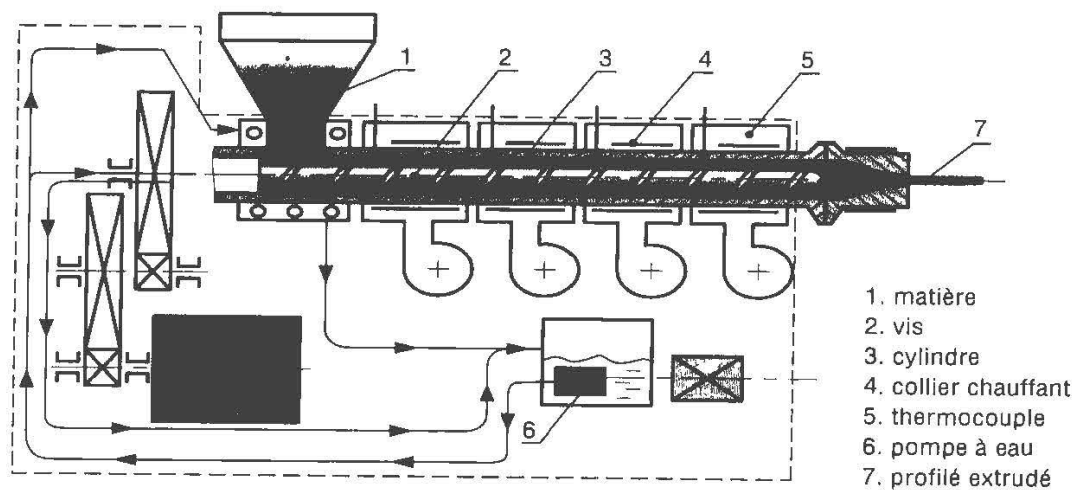


Figure 1.2: Extrudeuse mono-vis (Trotignon, 1996).

1.1.2.2. L'injection

Le moulage par injection est un procédé automatisé qui peut être utilisé pour fabriquer des pièces en matière plastique en une seule étape de production. Ce procédé convient

pour une production à grande échelle puisque la matière première peut être convertie en produits par une seule étape qui traduit un court cycle de fabrication avec de faibles coûts (Oktem et al., 2007). L'avantage le plus significatif du moulage par injection est que le procédé peut être utilisé pour fabriquer des articles qui ont des géométries complexes (Silva, 2011). La conversion est effectuée par plastification du matériau de moulage puis par l'injecter sous pression dans le moule où il se solidifie sous la forme de la cavité du moule (Silva, 2011). Le principe du procédé du moulage par injection est illustré dans la figure 1.3.

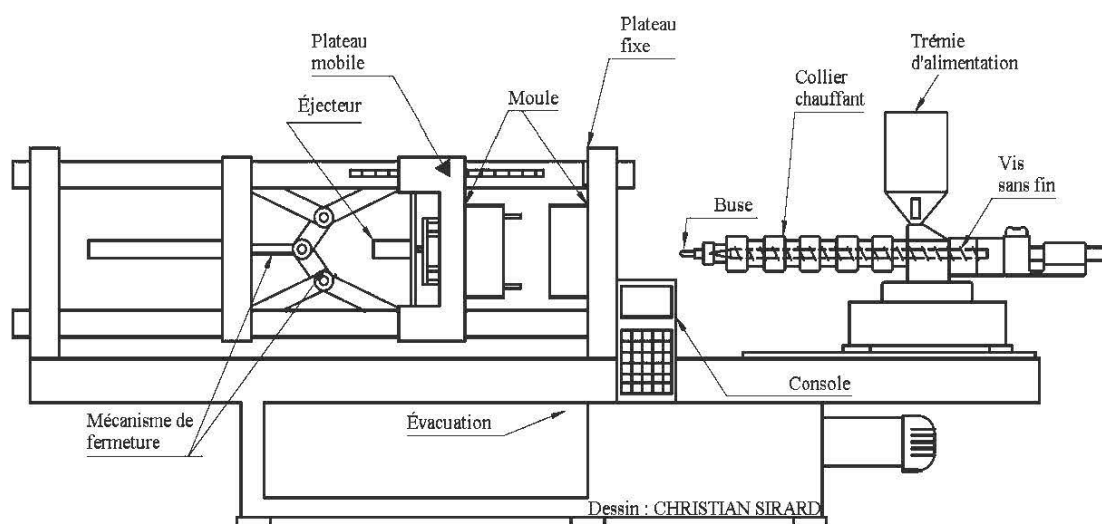


Figure 1.3: Principe de fonctionnement d'une presse d'injection de plastique
(Chinniah et al., 2014)

On peut répartir le cycle de fonctionnement de la presse d'injection en 6 étapes (Silva, 2011) :

- 1) **Début de plastification** - la vis tourne et prend simultanément les matériaux de la trémie, les fait fondre sous l'effet d'un cisaillement interne, la friction et les bandes chauffantes externes, puis les envoie vers la chambre de vis en face de la pointe de la vis. L'action de transport de la vis entraîne une surpression en face de la pointe

de la vis; celle-ci pouvant ainsi revenir glisser jusqu'à ce que la chambre soit remplie avec un volume de fusion suffisant.

- 2) **Fin de plastification** - La rotation de la vis est arrêtée lorsque la quantité de matière fondue contenue dans la chambre de vis est suffisante.
- 3) **Fermeture du moule** - L'unité de serrage avec la plaque de cavité avance pour fermer le moule.
- 4) **Début de l'injection** - À ce moment, la montée de la pression dans le vérin hydraulique déplace la vis sans rotation vers l'avant et pousse la matière fondue hors de la chambre à la cavité du moule.
- 5) **Fin de l'injection et de refroidissement** - Lorsque la cavité du moule est complètement remplie de masse fondue chaude et que celle-ci se solidifie dans le moule froid, la vis va ainsi donner une pression additionnelle pour compenser le volume de contraction du matériau; ensuite, l'unité d'injection redémarre la première étape pour préparer un matériau pour l'injection suivante.
- 6) **Éjection de l'article** - Lorsque la partie de moule est refroidi et devenue assez dure, le moule s'ouvre et l'article est éjecté par les broches d'éjection.

1.2. Matière première

1.2.1. Les matrices polymères

Les polymères, les métaux, et les céramiques sont utilisés comme matrices dans les composites selon les caractéristiques requises. La matrice tient les fibres ensemble dans une unité structurale, les protège, transfère et distribue les charges appliquées sur les fibres.

Les polymères sont les plus utilisés comme matrices à cause de leurs formabilité, facilité d'usinage, densité et résistance. Ils sont classés dans trois catégories : les thermodurcissables, les élastomères et les thermoplastiques.

1.2.1.1. Les thermodurcissables

Ils sont nommés plastiques thermodurcissables parce qu'ils éprouvent un changement chimique au cours du traitement et deviennent des solides durs (durcissables). Ce changement est irréversible. Ces polymères sont généralement connus par leur résistance mécanique, diélectrique, chimique et thermique plus élevée que celles des thermoplastiques.

L'industrie des adhésifs à base de bois utilise souvent des thermodurcissables pour avoir une bonne résistance et durabilité. Lorsqu'il est utilisé avec du bois, le polymère liquide pénètre dans la microstructure du bois à des degrés variables et est ensuite durci, formant une région d'interphase dispersée tridimensionnellement. Les agents thermodurcissables communs utilisés sont l'urée-formaldéhyde, le phénol-formaldéhyde, l'époxy et les polyamides. Un des premiers CBP utilisant un polymère thermodurcissable était un composite de phénol-formaldéhyde-bois fabriqué par Rolls Royce en 1916 pour produire le bouton de changement de vitesse dans leurs véhicules (Clemons, 2002).

1.2.1.2. Les élastomères

À cause de leur caractère élastique, les élastomères sont des matériaux qui peuvent subir de grandes déformations et revenir à leur état initial. Cependant, leurs propriétés mécaniques et thermiques sont faibles.

Le terme élastomère est dérivé du polymère élastique qui a un faible module de Young et une déformation maximale élevée par rapport à d'autres matériaux; il est souvent utilisé de façon interchangeable avec le terme caoutchouc, bien que ce dernier soit préféré en référence aux vulcanisations. Chacun des monomères qui se lient pour former le polymère est habituellement constitué de carbone, d'hydrogène, d'oxygène ou de silicium. Les élastomères sont des polymères amorphes existant au-dessus de leur température de transition vitreuse, de sorte qu'ils acquièrent une plus grande capacité de déformation.

1.2.1.3. Les thermoplastiques

Les thermoplastiques sont des polymères qui deviennent souples et malléables quand la température dépasse une valeur spécifique. Ils sont facilement recyclables comparativement aux polymères thermodurcissables parce que la chaîne de polymère ne se dégrade pas lorsqu'il est fondu. En effet, les interactions les plus faibles entre les chaînes de polymères se décomposent à des températures beaucoup plus basses que les liaisons chimiques entre les monomères. Cela permet le recyclage des thermoplastiques jusqu'à ce que les chaînes de polymères soient décomposées au point que le matériau perd l'intégrité structurelle.

Les thermoplastiques sont également intéressants pour la fabrication des CBP, car ils peuvent être coupés avec des outils déjà utilisés pour la construction en bois. Un grand avantage des thermoplastiques est qu'ils peuvent être traités à des températures relativement basses, en dessous de la température de dégradation thermique du bois (180-200°C).

Le polyéthylène haute densité (PEHD), le polypropylène (PP) et le chlorure de polyvinyle (PVC) sont les polymères thermoplastiques les plus utilisés dans les CBP (Klyosov, 2007). Le PEHD représente 83% du volume total des thermoplastiques utilisés dans les CBP, suivi du PP (9%) et du PVC (7%) (Caulfield et al., 2005).

➤ Les polyéthylènes

Les polyéthylènes sont les polymères les plus utilisés par les industries dans le monde. En effet, ils représentent plus de 90% du tonnage produit (Crawford et Kearns, 2003). Les polyéthylènes sont constitués par la polymérisation de molécules d'éthane $[-CH_2CH_2-]$. Généralement, la rigidité, le retrait, la résistance chimique et la dureté augmentent quand la densité augmente (Crawford et Kearns, 2003). Le polyéthylène a une température de fusion, qui varie généralement entre 106°C et 130°C dépendamment de sa densité (Klyosov, 2007). Le polyéthylène ainsi que le polypropylène montrent une absorption des ondes électromagnétiques presque nulle et

une grande résistance chimique (Klyosov, 2007). Aussi le polyéthylène montre une grande résistance contre l'oxydation comparativement aux autres polyoléfines y compris le polypropène (PP) (Klyosov, 2007). Le polyéthylène à haute densité (PEHD) montre une augmentation de la cristallinité par rapport au PP qui conduit une augmentation de la résistance, de la densité, du retrait, de la résistance au fluage, de la résistance à l'usure et de la dureté (Klyosov, 2007).

➤ **Les polypropylènes**

Comparativement au polyéthylène, le polypropylène (PP) est plus léger, plus fort, plus rigide. Il présente une résistance au fluage améliorée et moins d'usures, mais il est moins résistant contre les rayons ultraviolets. Sa formule chimique est $[-CH_2-CH(CH_3)-]$ (Mark et Erman, 2007). Les polypropylènes sont subdivisés en homopolymères et copolymères. Les homopolymères sont plus cristallins, ont une température de fusion bien définie à 161-165°C et ont une distribution de poids moléculaire assez étroite. Les copolymères contiennent typiquement une certaine quantité d'éthylène et sont à leur tour subdivisés en copolymères aléatoires et en blocs. Leur point de fusion varie de 140 à 155°C (Klyosov, 2007). L'utilisation de ce polymère est en croissance et il reste parmi les plus importants choix des matières premières dans les industries (Karian, 2003).

1.2.2. Les fibres de bois

Le bois est parmi les matériaux de construction les plus facile à transformer. Cependant, le bois est un matériau très variable et sa composition chimique est assez complexe. En effet, ces propriétés varient d'un bois feuillu à un bois résineux, d'un bois juvénile à un bois mature, d'un bois initial à un bois final et entre le bois d'aubier et de duramen (Zobel, 1981).

Les fibres de bois sont constituées principalement de trois polymères organiques. La cellulose, les hémicelluloses et la lignine. Ils sont disposés d'une façon précise dans la

paroi de la fibre. La figure 1.4 illustre la composition de la paroi cellulaire qui est répartie en trois régions principales :

- La lamelle moyenne (ML), qui joue le rôle d'une colle qui tient les fibres ensemble (Jozsa et Middleton, 1994).
- La paroi primaire (P), qui est constituée par un réseau aléatoire de microfibrilles avec un angle des microfibrilles qui peut aller de 0° à 90° par rapport à l'axe le long de la cellule.
- La paroi secondaire, qui est constituée de trois couches (S1, S2 et S3). Les microfibrilles qui constituent la couche S1 forment un angle de 60 à 80° par rapport à l'axe longitudinal de la cellule. L'orientation de microfibrilles de la couche (S2) est presque perpendiculaire à celle de S1, forme un angle de 5 à 30° par rapport à l'axe longitudinal. Les microfibrilles de la paroi S3 orientée entre 60 à 90° de l'axe de la cellule (Pouzet, 2011).

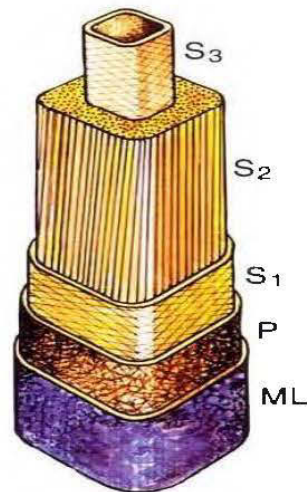


Figure 1.1.4: Composition de la paroi cellulaire (Jozsa et Middleton, 1994)

1.2.2.1 La cellulose

La cellulose est le polymère naturel le plus abondant de la planète, qui est renouvelable, biodégradable et non toxique (Peng et al., 2011). C'est l'un des rares composés naturels

qui conservent la même structure, peu importe si sa source est le bois, le coton, l'herbe ou une multitude d'autres plantes (Jozsef et Benjamin A., 1982). La cellulose constitue la biomasse lignocellulosique avec les hémicelluloses et la lignine et elle représente entre 41-45% en poids du bois sec (Mullins et McKnight, 1982), entre 50 et 60% de sa structure est cristalline (Newman, 2004). Elle est un homopolymère linéaire. La macromolécule est formée d'une seule chaîne d'unité de glucose ($C_6H_{12}O_6$), l'élément de base est un motif de deux glucoses appelé cellobiose. La figure 1.5 présente la formule chimique de la cellulose, cette dernière est formée de N cellobiose (N peut atteindre 30,000). L'avantage majeur de la cellulose est sa très bonne résistance aux attaques chimiques. Les propriétés mécaniques des fibres naturelles dépendent du type de cellulose, car chaque type de cellulose a sa propre géométrie cellulaire et les conditions géométriques déterminent les propriétés mécaniques (Bledzki et Gassan, 1999).

Les matériaux à base de cellulose et de ses dérivés sont utilisés depuis plus de 150 ans dans une grande variété d'applications telles que l'alimentation, la production de papier, les produits pharmaceutiques et les biomatériaux (de Souza et Borsali, 2004).

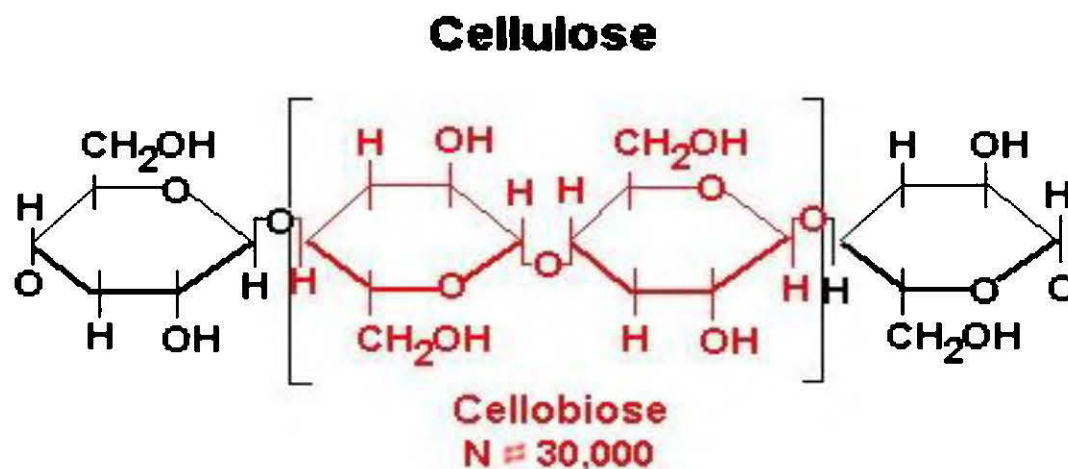


Figure 1.5: Formule chimique de la cellulose

1.2.2.2 Les hémicelluloses

Les hémicelluloses sont des substances présentes entre les microfibrilles de cellulose. Ce sont des polysaccharides de composition variable contenant plusieurs sucres à 5 atomes de carbone (sucres C5) tels que le xylose et l'arabinose, des sucres à six atomes de carbone (sucres C6) tels que le glucose, le mannose, le galactose et l'acide glucuronique et le sucre C7 l'acide 4-O-méthyl glucuronique. La proportion d'hémicelluloses dans le bois est de 20 à 35%. La concentration en hémicelluloses est généralement moins importante dans le bois des résineux que dans celui des feuillus. Le xylane est l'unité monomère la plus abondante des hémicelluloses. Les structures partielles pour les formes primaires de l'hémicellulose des feuillus et des résineux sont présentées à la figure 1.6.

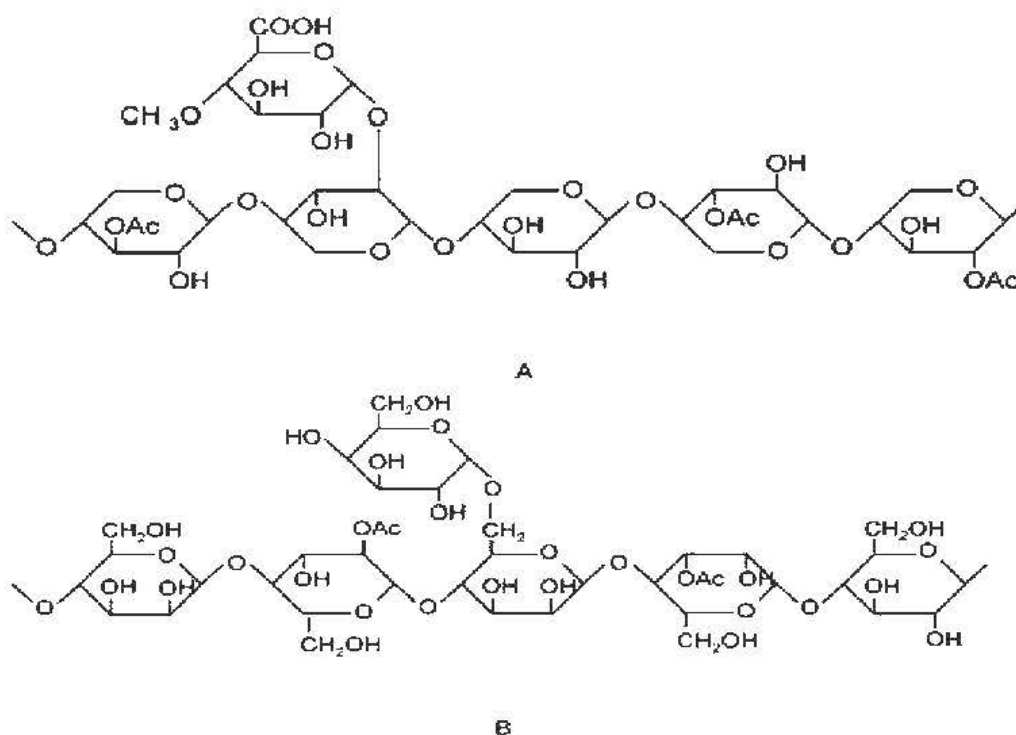


Figure 1.6: Structures partielles des principales hémicelluloses du bois (A) acétyl-4-O-méthylglucuronoxylan de feuillus; (B) O-acétylgalactoglucomannan de résineux (Salisbury et Ross, 1992).

1.2.2.3 La lignine

La lignine est parmi les biopolymères les plus abondants sur terre. Elle a une grande influence sur les propriétés chimiques et physiques du bois. C'est un polymère amorphe qui contribue à la cémentation des constituants de la paroi cellulaire. Elle protège la cellulose et les hémicelluloses hydrophiles. En plus, elle donne la force et la pérennité aux parois cellulaires. En effet, les microfibrilles de cellulose sont intégrées dans les parois et liées par la lignine et les hémicelluloses (Nair, 1998). La figure 1.7 illustre une structure partielle de la lignine.

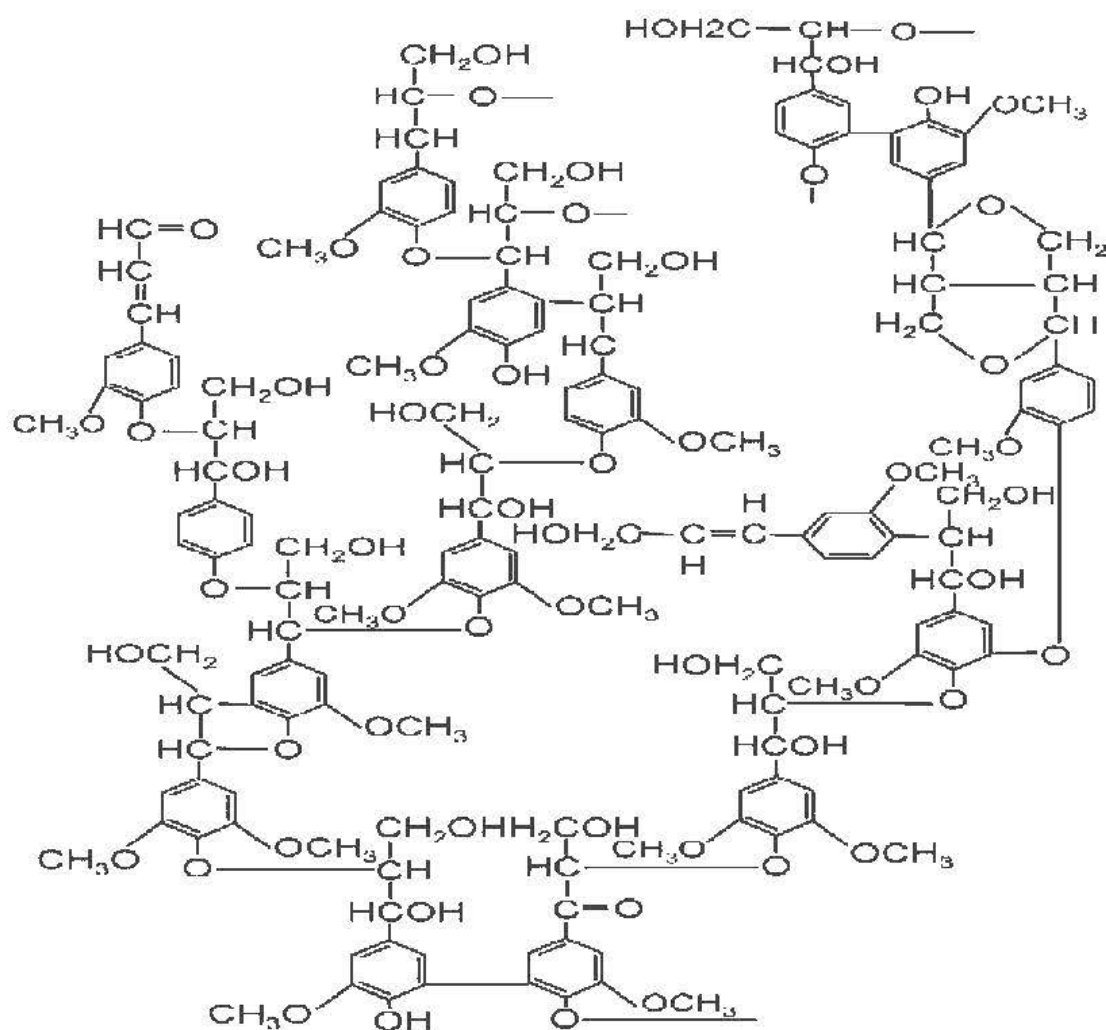


Figure 1.7: Structure partielle de la lignine de résineux (Salisbury et Ross, 1992)

1.2.3. Les agents de couplage

L'adhésion entre la matrice et les fibres constitue un des principaux facteurs de succès pour l'obtention de matériaux composites aux propriétés mécaniques améliorées. Dans le cas des CBP, le bois étant un matériau hydrophile et le plastique un matériau hydrophobe, on doit utiliser des liants chimiques ou traiter chimiquement les surfaces des fibres pour améliorer l'adhésion. La rupture d'un matériau est dite adhésive si elle se produit à l'interface des substrats formant le matériau composite, sinon elle est dite cohésive si la rupture se produit à l'intérieur de la matrice ou/et du renfort (Petrie, 2000).

Les agents de couplage servent principalement à lier chimiquement le groupement OH du bois au polymère thermoplastique. Ces agents sont souvent nécessaires pour avoir de bonnes propriétés morphologiques puisque la nature hydrophile du bois et la nature hydrophobe du polymère thermoplastique rendent l'adhésion mécanique plutôt difficile (George et al., 2001). En plus de leur effet adhésif, ces additifs permettent de mieux disperser les fibres de bois dans la matrice thermoplastique (Wolcott et al., 2001). Parmi les agents de couplage les plus utilisés, on trouve les polyoléfines (PE ou PP) modifiées à l'acide maléique, les silanes, les isocyanates et certains phénol-formaldéhydes. La figure 1.8 montre les deux types de réactions du polyéthylène maléaté (PEMA) avec la cellulose.

Li (2012) a montré que la proportion idéale de l'agent du couplage doit être de l'ordre de 3% de la masse totale pour donner des résultats optimaux. Il y a d'autres traitements qu'on peut utiliser pour assurer la comptabilisation entre les fibres de bois et les polymères; parmi ces traitements, on trouve l'acétylation ainsi que le traitement aux silanes, alcalins ou enzymatiques.

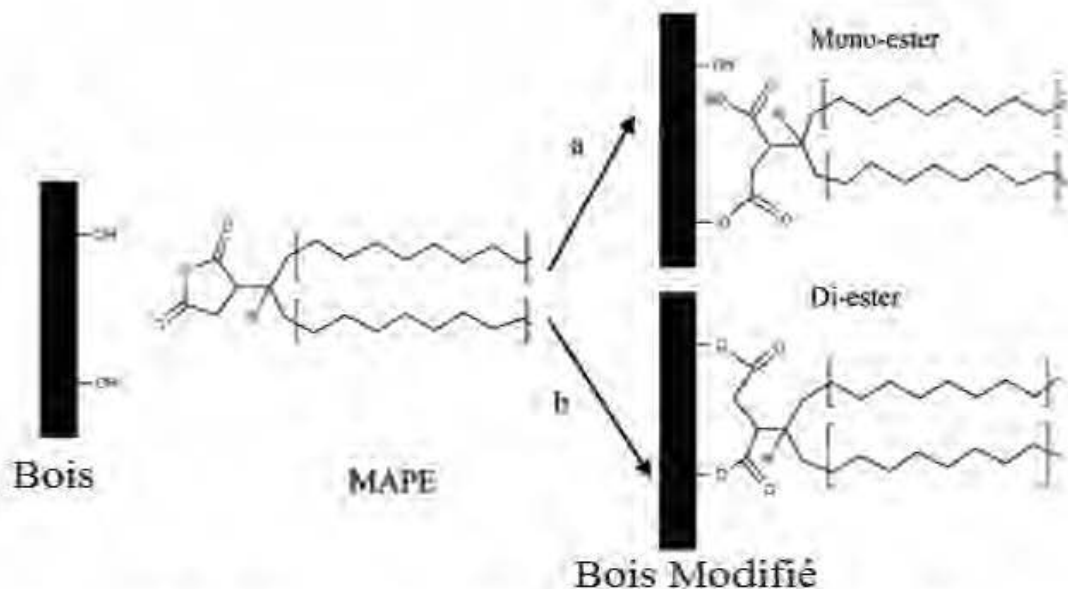


Figure 1.8: Lien mono-ester (a) et di-ester (b) formé par le PEMA et les groupements hydroxyles du bois ou de la cellulose (Carlborn et Matuana, 2006)

1.3. Traitements thermiques des fibres

Le traitement thermique des fibres est utilisé dans le but d'améliorer la stabilité dimensionnelle et la durabilité du bois. En effet, plus la température de traitement augmente, plus la stabilité dimensionnelle augmente et l'hygroscopicité diminue (Pelit et al., 2016). Cependant, ce traitement a un effet négatif sur les propriétés mécaniques (Rousset et al., 2004). En revanche, les surfaces des fibres augmentent leur concentration d'oxygène par l'ajout de groupements carboxyles en surface (Felix et al., 1993).

À hautes températures, il y aura, d'une part, une réduction importante de la quantité de groupements hydroxylés accessibles dans le bois (Tjeerdsma et Militz, 2005). Cela s'explique par des réactions de réticulation ou de recristallisation de la cellulose; d'autre part, l'augmentation du nombre de groupes carbonyles montre la présence des réactions d'estérification.

D'après Hakkou et al. (2006) et Weiland et al. (2003), les raisons de l'augmentation de la durabilité du bois traité thermiquement sont :

- L'augmentation du caractère hydrophobe qui réduit l'absorption d'eau par le bois.
- La dégradation importante des hémicelluloses, qui représente un des principaux éléments nutritifs des moisissures.
- Génération de nouveaux extractibles au cours du traitement thermique pouvant agir comme fongicides.
- La plastification de la lignine, qui conduit à une réorganisation des composants polymères lignocellulosiques de bois. Le système enzymatique des champignons ne peut plus reconnaître le substrat de bois et est donc incapable de le dégrader. La cellulose pourrait également être modifiée (estérification possible par l'acide acétique libéré par les hémicelluloses lors du traitement thermique).

Plusieurs procédés ont été développés pour le traitement thermique du bois. Chacun a ses particularités et ses équipements, mais ils sont très similaires. Il existe cinq principaux traitements utilisés commercialement (Tufan et al., 2016b). Un en Finlande (ThermoWood), un en Hollande (Platon Wood), un en Allemagne (OHT-Oil heat treatment) et deux en France (Bois Perdure et Bois rectifié). De nouveaux procédés de traitement thermique ont été développés dans d'autres pays, comme le Danemark (WTT) et en Autriche (Huber Holz) (Esteves et Pereira, 2008).

Toutes ces méthodes se rejoignent sur le principe de contrôler trois paramètres importants: la température du traitement, le temps du traitement et la vitesse de chauffage (Rousset et al., 2004). Ces paramètres ont une influence sur la chimie de surface, la composition chimique et la cristallinité des fibres (Esteves et Pereira, 2008; Hill, 2007).

1.3.1. La torréfaction

La torréfaction est un procédé de prétraitement thermique dont le but principal est la production de combustible solide (Prins et al., 2006), dans lequel la biomasse brute est chauffée dans une atmosphère non oxydante dans la plage de température de 200-300°C (Lu et al., 2012). Les principaux avantages de la torréfaction comprennent l'amplification de la densité énergétique de la biomasse (Almeida et al., 2010; Arias et al., 2008; Deng et al., 2009; Li et al., 2012), l'amélioration de son aptitude au broyage (Arias et al., 2008; Deng et al., 2009) et la conversion d'une biomasse hygroscopique en un matériau hydrophobe (Li et al., 2012). L'utilisation de la biomasse torréfiée est plus efficace que la consommation de biomasse brute dans la combustion (Rousset et al., 2011), la pyrolyse (Wannapeera et al., 2011) et la gazéification (Couhert et al., 2009; Deng et al., 2009; Prins et al., 2006). La biomasse torréfiée peut également être granulée plus facilement, ce qui réduit les coûts de stockage et de transport (Bergman et al., 2005).

Le traitement de torréfaction dissout les hémicelluloses, volatilise les extractibles et augmente ainsi la teneur en cellulose dans la fibre résiduelle. La torréfaction permet aussi de diminuer l'affinité des fibres à l'eau par l'action de liquéfaction de la lignine, une composante hydrophobe de la fibre, qui en s'écoulant à la surface de la fibre la rend plus résistante à l'humidité (Esteves et Pereira, 2008; Hill, 2007). Par ailleurs, les paramètres de torréfaction incluant la température et le temps de traitement ont une influence sur la chimie de surface, la composition chimique et la cristallinité des fibres (Esteves et Pereira, 2008; Hill, 2007). Par conséquent, la variation des paramètres de torréfaction peut avoir des effets sur la stabilité thermique des fibres, la mise en forme et les propriétés des CBP.

La carbonisation est un autre procédé thermique par lequel la biomasse est traitée dans une atmosphère inerte à des températures de 277-677°C (Maschio et al., 1992). Le processus de torréfaction est parfois confondu avec la carbonisation. Cependant les conditions de processus et les usages de ces deux processus ne sont pas nécessairement

les mêmes. Un objectif général de la torréfaction est d'augmenter la densité énergétique de la biomasse en augmentant sa teneur en carbone tout en diminuant sa teneur en oxygène et en hydrogène. Cet objectif est similaire à celui de la carbonisation qui produit du charbon, mais avec une différence importante que ce dernier ne retient pas la quantité maximale d'énergie de la biomasse et donne ainsi un faible rendement énergétique. La différence dans les conditions processus, c'est que la torréfaction se réalise en absence de l'oxygène sous des faibles températures; alors que dans le cas du processus de la carbonisation, il se réalise à des températures plus élevées (près de 600°C) avec un certain niveau d'oxygène qui permet une combustion suffisante pour fournir la chaleur au processus.

1.3.2. Mécanisme de torréfaction (technologie CarbonFX de AIREX)

L'entreprise Airex a développé une nouvelle technologie de torréfaction. Cette technologie permet de produire du bois torréfié à grande échelle et avec une source d'énergie autosuffisante grâce à l'utilisation des gaz produits par le procédé. La figure 1.9 représente le schéma de la technologie CarbonFX de AIREX. La première étape du procédé est de pré-sécher la biomasse, qui est ensuite transférée dans le séchoir et la chambre de traitement jusqu'à l'obtention de la teneur en humidité désirée. L'important dans cette étape est que la chaleur générée par la combustion des gaz produits par le réacteur de torréfaction est utilisée pour poursuivre le séchage de la biomasse; par la suite, celle-ci est transférée à la chambre de traitement dans une durée qui varie de 2 à 5 minutes. La biomasse traitée passe ensuite dans le réacteur à effet cyclonique, où elle a subi un traitement de pyrolyse par la chaleur. La température du réacteur se trouve entre 315°C et 455°C. Le produit solide sort du réacteur à l'aide d'une vis, ainsi que le gaz traité est recyclé et brûlé dans la chambre de combustion pour produire la chaleur nécessaire au procédé. La boucle contenant le gaz reliant le brûleur, la chambre de traitement et le réacteur à effet cyclonique a une faible teneur en oxygène. Dans ce

procédé, le déplacement des solides entre les différentes étapes est fait à l'aide d'un convoyage pneumatique (WSP, 2014).

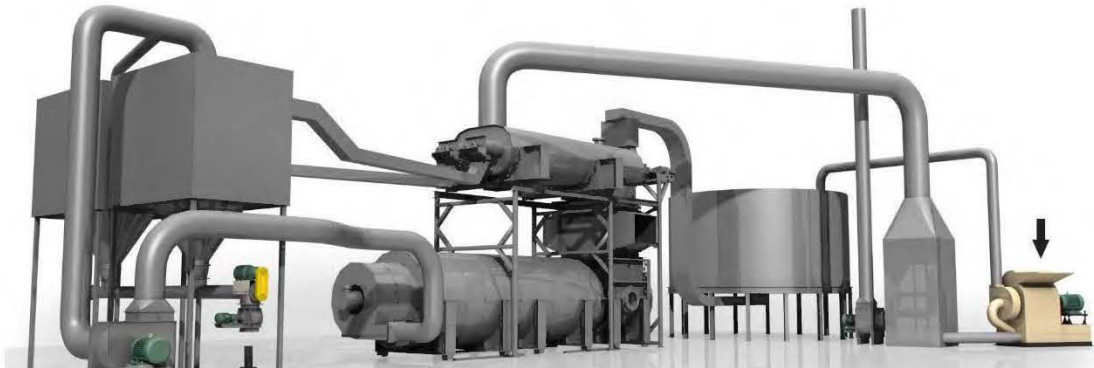


Figure 1.9: Schéma de la technologie CarbonFX de AIREX (WSP, 2014)

1.3.3. Effet du traitement thermique des fibres de bois sur les propriétés physico-mécaniques des composites bois-polymère

Yang et al. (2017) ont étudié l'effet du traitement thermique des particules de bois à des températures de 120, 160 et 200°C sur les propriétés physico-mécaniques des CBP. Ils ont observé que la teneur d'humidité des CBP a diminué de manière significative avec l'augmentation de la température de traitement thermique, tandis que l'absorption d'eau et le gonflement de l'épaisseur des CBP ont été diminués. Les images du MEB à la surface de rupture des CBP ont montré que la surface des particules de bois traitées thermiquement ont été sensiblement recouvertes par la matrice polymère, ce qui signifie une amélioration de l'adhésion entre la particule de bois et la matrice polymère.

Ayrlmis et al. (2011) ont étudié l'effet d'ajout de fibre traitée thermiquement à 120, 150 et 180°C sur les propriétés des CBP. Les résultats de l'étude ont montré que le traitement thermique a diminué le module d'élasticité et la résistance maximale dans les essais de traction et de flexion. Cette étude a relié la diminution des propriétés mécaniques des CBP après l'ajout de fibre traitée thermiquement à les formations chimiques des acides solubles; tels que l'acide formique et l'acide acétique, issus de la

dégradation de l'hémicellulose. Ces acides accélèrent la dépolymérisation de la cellulose en décomposant les chaînes longues de la cellulose (structure cristalline) en chaînes plus courtes. De plus, les liaisons C-C et C-O se coupent au niveau de l'intrapolymère avec l'augmentation de la température et du temps de traitement. Cela conduit à la séparation du système de copolymère lignine-hémicellulose et à la dépolymérisation des hémicelluloses et de la cellulose amorphe. La dépolymérisation et le raccourcissement du polymère de cellulose pourraient affecter le MOE et le MOR du bois.

Das et al. (2015a) ont noté que l'ajout de fibre traitée à 450°C au CBP avec une matrice de PP a augmenté les valeurs du MOE en flexion et en traction. Les proportions de fibres utilisées dans cette étude sont de 6, 12, 18, 24, 30% en poids; les CBP de 24% de fibre traitée ont donné la plus grande valeur de l'MOE qui est égale à 3.5 GPa. D'autres études similaires ont trouvé des MOE égale à 1.4 GPa et 2.8 GPa (David et al., 2015; Ayilimis et al., 2015).

1.3.4. Effet du traitement thermique des fibres de bois sur l'hydrophobicité et la chimie de surface des composites bois-polymère

Des recherches antérieures (Bodirlau et al., 2008; Emandi et al., 2011) montrent que la structure typique du bois a des pics de 3300-4000 cm^{-1} indiquant un étirement la liaison OH et des pics de 2800-3000 cm^{-1} indiquant un étirement de la liaison CH dans les groupes méthyle et méthylène. L'absorption dans la région de 600-800 cm^{-1} est attribuée aux principaux composants de la paroi cellulaire tels que la cellulose, les hémicelluloses et la lignine (Rana et al., 2010). Tjeerdsma et Militz (2008) ont noté que le traitement thermique du bois a réduit la concentration de groupes hydroxyles accessibles; cette réduction est expliquée par l'estérification de ces groupes, ce qui est également confirmé par l'augmentation du pic du groupement carbonyle à 1740 cm^{-1} .

Hung et al. (2016) ont montré que les particules de bois acétylées améliorent les propriétés mécaniques et la résistance au fluage des CBP avec une matrice de PP; aussi, l'augmentation de l'acétylation du bois diminue l'absorption d'eau dans les CBP.

L'acétylation avec l'anhydride acétique conduit au remplacement de groupes hydroxyles par des groupes acétyle ce qui diminue la polarité du matériel lignocellulosique par la diminution de son caractère hydrophile (Saddem et al., 2017).

Kallakas et al. (2016) ont étudié l'effet du traitement thermique du bois sur la chimie de surface des CBP. Ils ont trouvé que le traitement du bois à 170°C n'a pas changé le spectre FTIR des CBP avec une matrice de PP. Aussi, Tufan et al. (2016b) ont montré qu'un traitement à 212°C pendant 2 heures n'a pas changé le spectre FTIR des CBP avec une matrice de PEHD; cependant, l'intensité des pics a augmenté avec le traitement thermique.

La méthode de mesure de l'angle de contact est la plus efficace pour déterminer la mouillabilité des surfaces de matériaux (Kaymakci et al., 2012). Plus spécifiquement, un angle de contact inférieur à 90° indique que le mouillage de la surface est favorable et que le fluide s'étend sur une grande partie sur la surface; alors que les angles de contact supérieurs à 90° signifient généralement que le mouillage de la surface est défavorable (Yuan et Lee, 2013).

Follrich et al. 2006 ont rapporté que le traitement thermique du bois à 200 °C a augmenté l'angle de contact du CBP de 50° à 90°; cela peut être interprété comme une diminution du caractère hydrophile du CBP. D'autres études comme Candan et al. (2012) et Ayrilmis et al. (2009) ont révélé l'effet du traitement thermique sur le bois; ils ont trouvé que le traitement thermique a augmenté significativement l'angle de contact. Ainsi, l'amélioration de la mouillabilité du CBP est liée directement à l'amélioration de la mouillabilité du bois.

1.4. Variation des propriétés des CBP en fonction des caractéristiques des fibres

1.4.1 Propriétés morphologiques

En tant que substance hydrophobe, le polymère n'est pas compatible avec la fibre de bois, un élément hydrophile. La mauvaise adhérence résultante entre la matrice polymère et les fibres de bois crée des zones interfaciales faibles dans les CBP (Kaboarani et al., 2007). L'agent de couplage a un effet important sur l'adhésion, car il se lie chimiquement aux groupements OH dans la charge lignocellulosique et, par conséquent, améliore les propriétés morphologiques des CBP. Les groupes anhydrides de l'agent de couplage entrent dans une réaction d'estérification avec les groupes hydroxyles superficiels des fibres de bois et se lient de manière covalente aux groupements hydroxyles (Tufan et al., 2016b). Le décretement dans les groupements OH des hémicelluloses dû au traitement thermique du bois peut réduire l'efficacité de l'agent de couplage pour la liaison interfaciale entre la fibre de bois et la matrice polymère (Adhikary et al., 2008). Cependant, Tufan et al. (2016b) ont noté que les vides et les lacunes dans le CBP ont été diminués par l'incorporation de la fibre de bois traité thermiquement, ce qui a amélioré la compatibilité entre la matrice et la charge.

On remarque dans la figure 1.10 que l'espèce du bois a une influence sur l'adhésion entre le bois et la matrice polymère. En effet, les fibres du peuplier faux-tremble sont bien encastrées dans le polymère (noté A) alors que les fibres d'épinette ne sont pas en contact étroit avec le PEHD (noté C). Les fibres du peuplier faux-tremble ont des microfibrilles sur leur surface (noté B), ce qui augmente significativement l'adhésion (Almeida et al., 2010; Migneault et al., 2015).

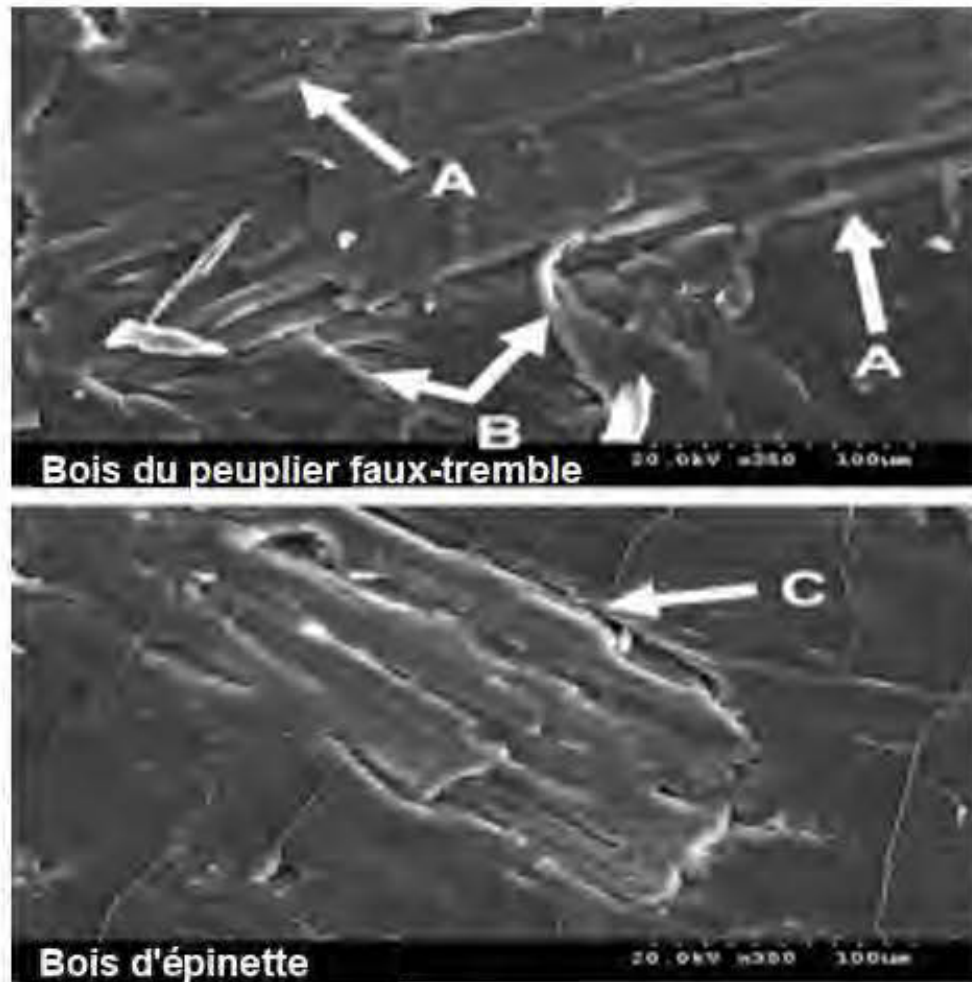


Figure 1.10: Image obtenue à l'aide de microscope électronique à balayage (MEB) des CBP à base de différentes espèces du bois ; bonne adhésion entre la fibre et la matrice (A); les microfibrilles (B); mauvaise adhésion entre la fibre et la matrice (C) (Migneault et al., 2015).

1.4.2 Propriétés physiques

La méthode de fabrication des CBP a une influence sur ses propriétés physiques; par exemple, le procédé du moulage par injection a permis d'obtenir de meilleures propriétés physiques du CBP que le procédé d'extrusion, mais une densité plus élevée a été obtenue avec le procédé d'extrusion (Migneault et al., 2008; 2009).

L'augmentation de la teneur en fibres augmente l'absorption de l'eau dans les CBP due à la propriété hydrophile des fibres naturelles (Chaharmahali et al., 2010). Les composants principaux du bois sont responsables de son caractère hydrophile (Li et al., 2007). La grande quantité de groupements hydroxyles dans la cellulose donne les propriétés hydrophiles de la fibre naturelle, ce qui résulte à une très mauvaise interface et une mauvaise résistance à l'absorption d'humidité (Alvarez et al., 2003). L'hémicellulose est partiellement soluble dans l'eau et hygroscopique en raison de sa structure ouverte contenant de nombreux groupes hydroxyle et acétyle (Frederick et Norman, 2004).

La taille des fibres influence les propriétés physiques des CBP. En effet, l'augmentation du rapport longueur/diamètre a un effet négatif sur les propriétés physiques (Migneault et al., 2008; 2009). L'utilisation de fibres plus longues peut augmenter la probabilité de vides à l'intérieur du CBP, qui représentent un milieu où l'eau peut se loger, entraînant ainsi une teneur en eau plus élevée dans le CBP (Migneault et al., 2009). La variation de l'adhérence dans l'interface fibre / polymère est entre autres facteurs qui pourraient expliquer l'impact du rapport L / D sur l'absorption d'eau. L'adhésion des fibres dans la matrice thermoplastique joue un rôle important sur la stabilité dimensionnelle des CBP, puisque les lacunes et les vides représentent un milieu où l'eau peut se loger (Migneault et al., 2015). L'ajout de l'agent de couplage augmente l'adhésion et, par conséquent, améliore les propriétés physiques. Tufan et al. (2016b) ont montré que les CBP produits avec des fibres traitées thermiquement ont des valeurs d'absorption d'eau largement inférieures à ceux produits avec des fibres non traitées (Tableau 1.1). Ce résultat confirme que le traitement thermique du bois a un rôle important pour l'amélioration de la stabilité dimensionnelle des CBP.

Tableau 1.1: Absorption d'eau dans les CBP après 4 mois d'immersion dans l'eau (Tufan et al., 2016b)

| Teneur en fibre (%) | Traitement | Absorption d'eau après 4 mois (%) |
|---------------------|----------------|-----------------------------------|
| 30 | Non traité | 4,27 |
| | Traité à 212°C | 3,43 |
| 40 | Non traité | 8,15 |
| | Traité à 212°C | 6,75 |
| 50 | Non traité | 14,38 |
| | Traité à 212°C | 11,55 |

Ayrilmis et al. (2012) ont rapporté que la surface du CBP devient plus lisse avec l'augmentation de la densité, la teneur en bois ou la température d'injection, mais l'augmentation de la taille de la particule la rend plus rugueuse. Par contre, Kaymakci et al. (2012) ont noté que la rugosité augmente avec la teneur en bois. Ainsi, dans cette même étude, une relation significative entre la rugosité et la mouillabilité sur des CBP a été prouvée. En effet, de meilleures propriétés de mouillage sont associées à une rugosité de surface plus élevée. Les caractéristiques de surface des CBP telles que la rugosité et la mouillabilité ont un rôle important dans la détermination de sa qualité.

1.4.3 Propriétés mécaniques

Une étude des CBP avec une matrice de PP renforcés de farine de bois et fabriqués avec de particules de bois de différentes tailles a montré que, comparativement à la taille des particules, la proportion de bois avait le plus grand effet sur la résistance mécanique et la rigidité des CBP (Stark et Rowlands, 2003). L'utilisation de la fibre de bois au lieu de la farine de bois dans les CBP avec une matrice de PP a donné des résistances à la traction et à la flexion plus élevée, des modules d'élasticité plus élevés, sans affecter significativement l'énergie d'impact (Stark et Rowlands, 2003).

En général, l'augmentation de la taille des fibres améliore le module d'élasticité et la résistance maximale dans les essais de traction et de flexion (Bouafif et al., 2009). La proportion de bois a un grand effet sur les propriétés mécaniques. Une haute teneur en particules de bois donne des matériaux avec une rigidité et une résistance mécanique élevées (Bouafif et al., 2009; Ndiaye et al., 2012). En outre, la résistance mécanique augmente avec l'augmentation de la proportion des fibres.

La figure 1.11 montre que l'espèce de bois influe significativement sur les modules d'élasticité et les résistances maximales en traction et en flexion. On remarque aussi que l'épinette noire (*Picea mariana*), a de bonnes caractéristiques mécaniques comparativement aux autres espèces. Les propriétés mécaniques des CBP varient aussi avec le type d'espèce, le polymère utilisé et les additifs.

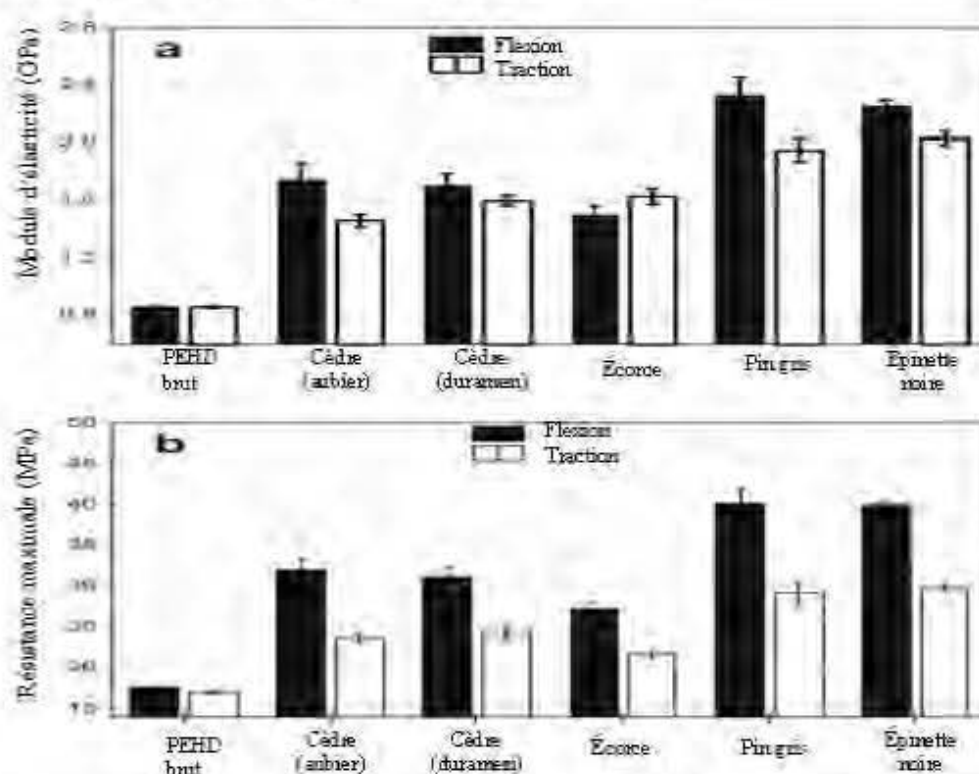


Figure 1.11: Variation dans le module d'élasticité en flexion et à la traction (a) et à la résistance maximale en flexion et à la traction en fonction d'espèce de bois pour les CBP à base de PEHD espèce (Bouafif et al., 2009).

Selon Zabihzadeh et al. (2008), les agents de couplage améliorent les propriétés mécaniques puisqu'ils augmentent l'adhésion des fibres dans la matrice polymère. Le traitement thermique des fibres a montré une diminution des propriétés mécaniques des CBP; cependant, ce traitement a conduit à une amélioration du module d'élasticité puisqu'il augmente la compatibilité des fibres de bois avec le PEHD (Tufan et al., 2016b).

1.4.4 Propriétés thermiques

L'ajout de fibres de bois dans une matrice polymère augmente la cristallinité des CBP (Lei et al., 2007; Rodrigues et al., 2013). Généralement, les CBP présentent une enthalpie de cristallisation et une enthalpie de fusion endothermique inférieures au polymère brut dû à la diminution de la teneur de ce dernier (Tufan et al., 2016a). Bhuiyan et Hirai (2005) et Phetkaew (2008) ont noté que le traitement thermique du bois à court terme a un effet positif sur sa cristallinité, tandis que le traitement à long terme diminue la cristallinité.

Renneckar et al. (2004) ont noté que la présence de bois influe sur la dégradation thermique des polymères; de même, la présence du polymère influe aussi sur la dégradation thermique du bois. En effet, Jakab et al. (2000) ont confirmé que la stabilité thermique du PP en présence de bois était réduite sans affecter la décomposition du bois. Les auteurs ont relié la quantité de charbon du bois à la réduction de la température de décomposition initiale et la vitesse de décomposition maximale pour le polypropylène. Tufan et al. (2016b) ont étudié l'effet du traitement thermique de la fibre de bois sur la stabilité thermique des CBP. Ils ont trouvé que les températures de dégradation du bois traité et non traité et des CBP étaient beaucoup plus faibles que celles du polyéthylène, mais le taux de dégradation était beaucoup plus lent. De plus, les CBP fabriqués avec les fibres traitées sont plus stables thermiquement comparativement à ceux fabriqués avec les fibres non traitées.

La figure 1.12 montre qu'il y a deux zones de perte de masse dans les CBP. La première

zone, ce situe entre 250°C et 370°C, est liée à la dégradation de l'hémicellulose et de la cellulose (Almeida et al., 2010), la deuxième zone, entre 350°C et 500°C, est liée généralement à la dégradation de la lignine et de la matrice polymère.

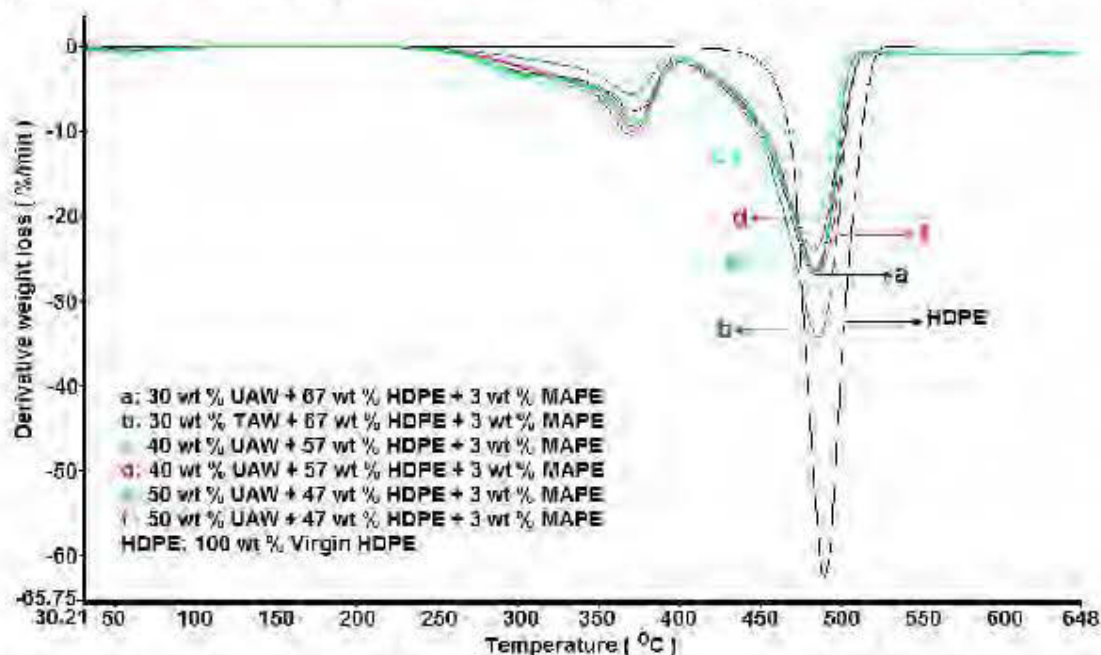


Figure 1.12: Analyse thermogravimétrique des CBP sous différentes teneurs en fibres et polymère (Tufan et al., 2016b).

1.4.5 Propriétés rhéologiques

Les propriétés rhéologiques des CBP dépendent de manière significative de la teneur en fibres. En effet, la viscosité, le couple de stabilisation, le couple maximal et l'énergie mécanique augmentent significativement avec l'augmentation de la proportion de fibres de bois dans le CBP (Lewandowski et al., 2016; Migneault et al., 2008; Zhang et al., 2007). De plus, la taille de la fibre affecte aussi les propriétés rhéologiques. À titre d'exemple, Migneault et al. (2008) ont noté que le couple et l'énergie mécanique augmentent avec l'augmentation de la taille de la fibre. Zhang et al. (2007) ont remarqué que l'augmentation du couple de stabilisation peut être directement liée à l'augmentation de la viscosité.

Les deux grandeurs fondamentales de la rhéologie sont les modules de stockage (G') et le module de perte (G''). Ces modules permettent d'évaluer le rapport de dominance entre le comportement solide (élastique) et liquide (visqueux ou plastique) d'un matériau (Soucy, 2015).

Godard et al. (2008) ont étudié le comportement rhéologique des CBP en utilisant le rhéomètre rotatif en mode oscillatoire. Les résultats montrent que le module de stockage et le module de pertes sont des fonctions croissantes de la teneur en sciures de bois (figure 1.13). Ainsi, la viscosité complexe est une fonction croissante de la teneur en sciures et décroissante de la taille des sciures (figure 1.14).

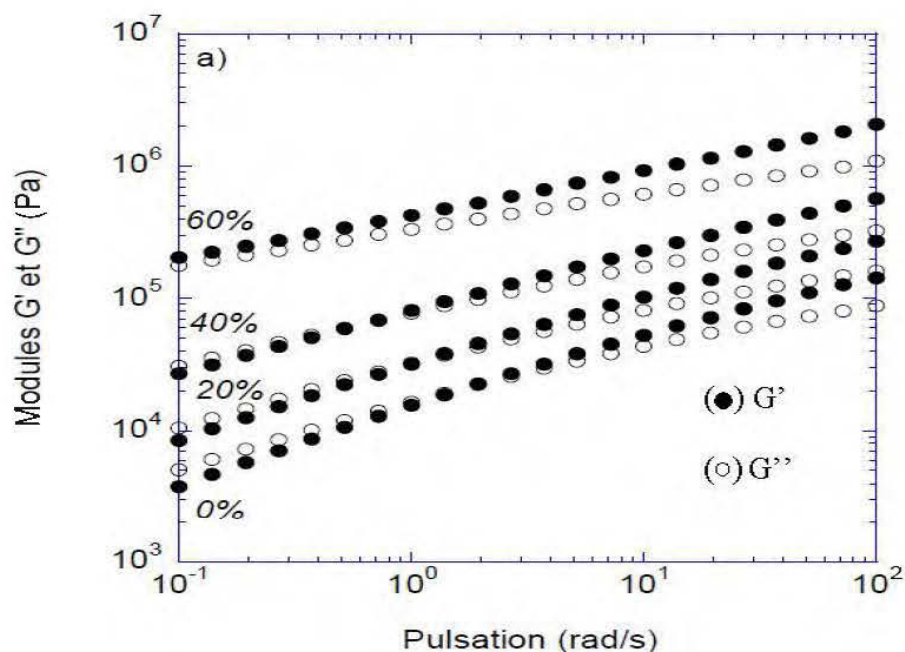


Figure 1.13: Évolution des modules de stockage et de perte des CBP PEHD/sciures fines à 170°C (Godard et al., 2008)

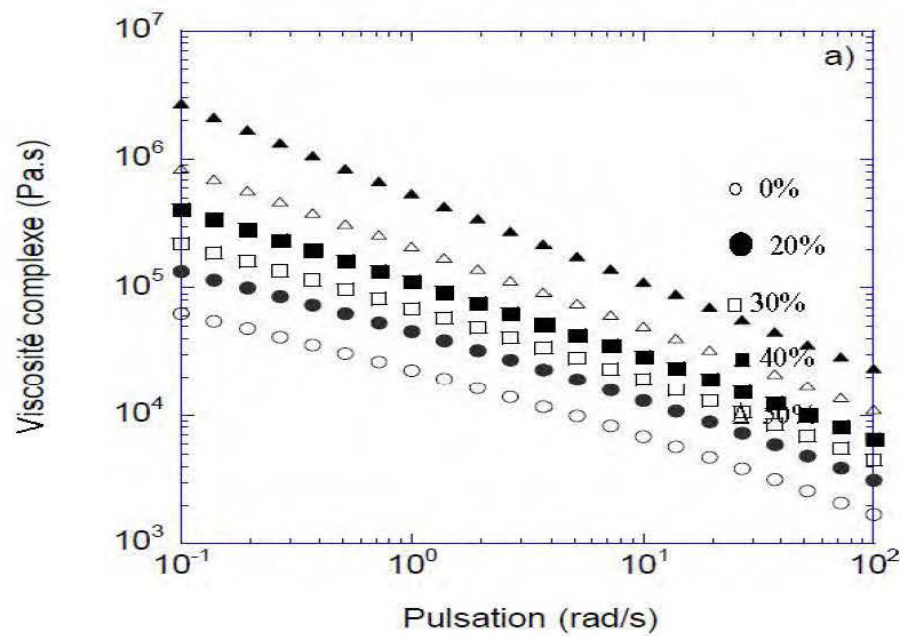


Figure 1.14: Viscosité complexe des CBP PEHD/sciures fines à 170°C (Godard et al., 2008)

CHAPITRE II

APPROCHE MÉTHODOLOGIQUE

2.1. Objectifs du travail et hypothèse de la recherche

L'objectif général du projet est d'évaluer le potentiel des fibres torréfiées à différentes températures pour la production des composites bois-polymère (CBP). Les objectifs spécifiques sont :

- 1) d'étudier la stabilité dimensionnelle des CBP en fonction de la température du traitement, du taux de fibres et le type de polymère.
- 2) d'étudier le comportement mécanique des CBP en fonction de la température du traitement, du taux de fibres et du type de polymère.
- 3) d'optimiser les paramètres de mise en forme des CBP à base de fibres torréfiées.

Cette étude se base sur les hypothèses suivantes :

- 1) Le traitement de fibres de bois à hautes températures rend la fibre hydrophobe et améliore par conséquent la stabilité dimensionnelle des CBP.
- 2) La modification chimique des fibres encourue par les traitements thermiques appliqués améliore sa cristallinité.
- 3) La fibre torréfiée améliore substantiellement les propriétés mécaniques.

2.2. Matériel et méthodes

2.2.1. Préparation des fibres

Les particules de bois torréfiées à trois températures (315°C, 400°C et 445°C) ont été fournies par le centre technologique des résidus industriels (CTRI). Le traitement des fibres a été à l'aide de l'unité pilote d'Airex Energy (Bécancour, Qc) installée au CTRI. Airex Energy a développé un procédé CarbonFX pour la torréfaction de biomasse

(Figure 2.1). Le processus de torréfaction CarbonFX se compose du système de préséchage, de la chambre de conditionnement, de la chambre de combustion et des réacteurs de lit cyclonique. Le bois doit être broyer à 12 mm ou moins. L'humidité de la biomasse doit se situer entre 30% et 60%. Le séchoir récupère la chaleur du torréfacteur pour sécher la biomasse. Le torréfacteur est démarré avec le gas naturel et une fois le processus de torréfaction enclenché, le brûleur s'alimente pratiquement seulement des gas de synthèse du procédé. L'espèce du bois utilisée est l'épinette noire. Les fibres ont été broyées, tamisées et classifiées en une seule classe de longueur entre 106 et 425 μm (figure 2.2-b).



Figure 0.1: Unité de torréfaction de l'entreprise Airex (WSP et al., 2014)



(a)



(b)

Figure 0.2: Exemple de fibres de bois torréfiées à 315°C ; (a) fibres fournies par l'entreprise ; (b) fibres classifiées en une seule classe de longueur

2.2.2. Préparation des composites

Les CBP ont été préparés avec les fibres torréfiées et deux polymères : le polypropylène (PP) et le polyéthylène haute densité (PEHD). La préparation est répartie en deux étapes; la première étape consiste à fabriquer des granules bois-polymère à l'aide de l'extrudeuse PolyLab de Haake muni d'une extrudeuse bivis et d'une granuleuse; par la suite, les granules ont été séchés pendant deux heures à 80°C et puis ils ont été utilisés pour fabriquer les éprouvettes d'essais normalisées (Figure 2.3) à l'aide d'une presse à injecter (modèle Arburg 370A) (Figure 2.4). L'annexe 1 présente les paramètres d'injection utilisés pour la préparation des éprouvettes.

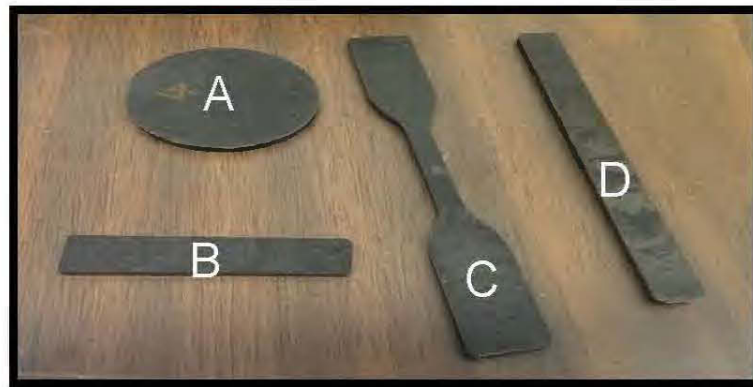


Figure 0.3: Éprouvettes d'essais normalisées. A) pour la stabilité dimensionnelle ; B) pour le test d'impact; C) pour le test de traction ; D) pour le test de flexion



Figure 0.4: Presse à injection Arburg 370A (Naitove., 2010)

➤ Plan d'expérience

Les expériences ont été réalisées selon un plan d'expérience factoriel en deux blocs où les blocs sont le type de polymère (le polypropylène et le polyéthylène à haute densité). Les facteurs sont la proportion de fibre (30%, 40% et 50%) et la température de traitement (315°C, 400°C et 445°C). Un témoin (fibres non traitées) a été utilisé pour une meilleure évaluation du potentiel des traitements de torréfaction. Une proportion fixe d'agents de couplage (3%) a été utilisée tout le long des expériences. À l'annexe 2, on présente les différentes combinaisons de facteurs réalisées dans le cadre de ce projet.

2.2.3. Caractérisation des fibres

Pour l'étude de la structure chimique à la surface des fibres, on a utilisé la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (ou FTIR : Fourier Transformed InfraRed Spectroscopy). On a utilisé l'appareil IRTracer-100 de la compagnie Shimadzu (Kyoto, Japon) (Figure 2.5). La FTIR permet de détecter les vibrations caractéristiques des liaisons chimiques et, ainsi, d'interpréter les fonctions chimiques présentes à la surface du matériau analysé. Le domaine infrarouge, entre 4000 cm^{-1} et 500 cm^{-1} , correspond au domaine de l'énergie de vibration des molécules; une fois que l'énergie apportée par le faisceau infrarouge est proche de l'énergie de vibration de la molécule, cette dernière absorbe le rayonnement, permettant ainsi d'enregistrer une diminution de l'intensité réfléchie ou transmise.



Figure 0.5: IRTracer-100 de la compagnie Shimadzu

Par conséquent, on peut identifier une molécule grâce à la bande d'absorption qui caractérise sa composition chimique. Les bandes d'absorption forment ce que l'on appelle « le spectre d'absorption d'un matériau donné ». Pour chaque échantillon, on a effectué 3 essais.

Pour observer l'effet des traitements thermiques sur la structure de la fibre de bois on a utilisé le microscope LASER Keyence VK-X150 (Osaka, Japon) (figure 2.6) qui nous a permis d'observer les changements effectués sur la surface de la fibre de bois.



Figure 0.6: Microscope à LASER Keyence VK-X150

2.2.4. Caractérisation des composites bois-polymère

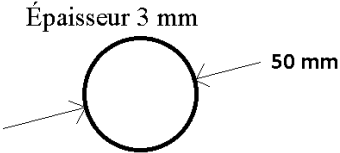
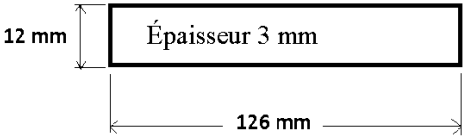
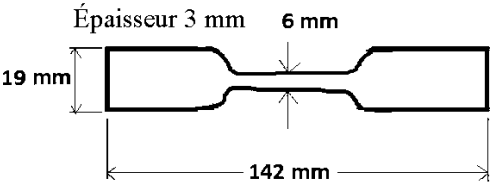
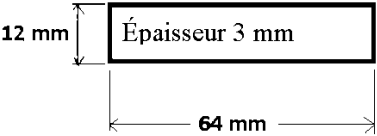
2.2.4.1. Caractérisation des propriétés mécaniques

Les propriétés en traction et en flexion (la résistance maximale, le module d'élasticité, l'énergie de rupture et la déformation), l'énergie d'impact (mesure de ténacité) et la stabilité dimensionnelle (l'absorption d'eau et le gonflement) ont été mesurées selon les normes ASTM en vigueur (Tableau 2.1).

Les essais mécaniques ont été effectués à 30% d'humidité relative et à une température de 20°C. Les instruments de mesure des dimensions des éprouvettes utilisées sont un

pied à coulisse de résolution $\pm 0,01$ mm et un micromètre de résolution $\pm 0,001$ mm, respectivement pour les mesures des diamètres et des épaisseurs.

Tableau 0.1 : Description des essais physiques et mécaniques réalisés sur les CBP

| Essai | Norme | Dimension |
|----------------------|-------------|--|
| Immersion dans l'eau | ASTM D 570 |  |
| Flexion trois-points | ASTM D 790 |  |
| Traction simple | ASTM D 638 |  |
| Impact | ASTM D 4812 |  |

L'essai de traction est une expérience qui permet de déterminer le comportement élastique et/ou mesurer le degré de résistance à la rupture d'un matériau. Dans notre cas, on l'a utilisé dans le but de déterminer la déformation de l'éprouvette sous l'application d'une charge à une vitesse constante. Par la suite, on peut déterminer le module d'élasticité MOE_T en traction (MPa), qui relie la contrainte de traction et la déformation dans le domaine de déformation élastique, la résistance à la traction R_m (MPa), l'allongement à la rupture A , le coefficient de Poisson ν et la déformation maximale ε_T . Les équations utilisées pour définir ces paramètres sont les suivantes (Baïlon et al., 2000):

$$MOE_T = \frac{F_p}{b \cdot h \cdot \varepsilon_T} \quad (2.1)$$

$$R_m = \frac{F_m}{b \cdot h} \quad (2.2)$$

$$\varepsilon_T = \frac{\Delta L}{L_0} \quad (2.3)$$

Où,

F_m : Force maximale (N) ;

F_p : Force mesurée à la limite proportionnelle (N) ;

L_0 : Longueur initiale (mm) ;

b : Largueur de l'échantillon (mm) ;

h : Épaisseur de l'échantillon (mm) ;

ΔL : Allongement (mm) ;

Les essais de traction ont été réalisés à l'aide d'une machine d'essai universelle Zwick/Roell Z020 (Allemagne) de capacité 20 kN (Figure 2.7) selon la norme ASTM D630. Les éprouvettes de traction sont de type IV, les dimensions sont présentées dans

le tableau 2.1. La vitesse du test était 3 mm/min. Pour chaque mélange, cinq éprouvettes ont été testées. La figure 2.7 présente le dispositif de traction utilisé.

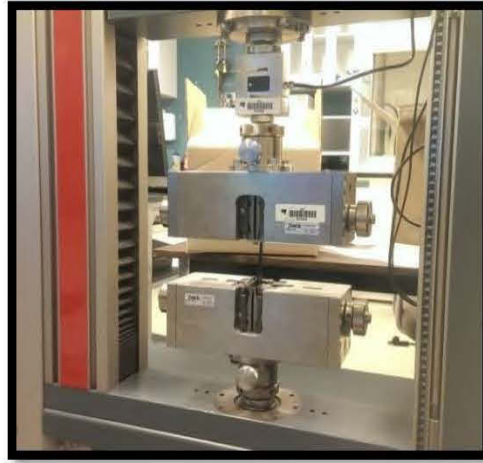


Figure 0.7: Machine d'essai universelle Zwick/Roell Z020 de capacité 20 kN avec le dispositif d'essai de traction

L'essai de flexion consiste à déterminer le module d'élasticité MOE_f (MPa), la résistance R_{mf} (MPa) ainsi que la déformation maximale en flexion par l'application d'une charge au milieu d'une éprouvette reposée sur deux appuis, comme le montre la figure 2.8.

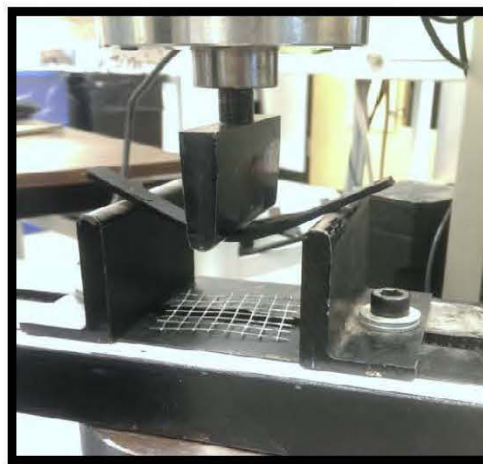


Figure 2.0.8: Dispositif d'essai de flexion

Les équations utilisées pour déterminer les paramètres cités précédemment sont les suivantes (Baïlon et al., 2000):

$$MOE_f = \frac{F L^3}{4 \delta b h^3} \quad (2.4)$$

$$R_{mf} = \frac{3 F_m L}{2 b h^2} \quad (2.5)$$

$$\varepsilon_f(\%) = \frac{6 R_{mf} \cdot h}{L^2} \times 100 \quad (2.6)$$

Où,

L : Longueur entre appuis (mm)

b : Largeur (mm)

F : Force mesurée à la limite proportionnelle (N)

h : Épaisseur (mm)

δ : Déflexion (mm)

F_m : Force maximale mesurée (N)

Les essais de flexion ont été réalisés à l'aide d'une machine d'essai universelle Zwick/Roell Z020 (Allemagne) de capacité 20 kN suivant la norme ASTM D790. Les dimensions de l'éprouvette figurent dans le tableau 2.1; la distance entre les appuis est de 80 mm et la vitesse de la charge est de 3,44 mm/min. Pour chaque formulation, 5 éprouvettes ont été testées.

Le test d'impact permet de mesurer la résistance au choc d'un matériau et d'évaluer ainsi sa ténacité. Le dispositif utilisé est appelé « mouton pendule » avec un pendule de 2.75 Joules (Figure 2.9). Libéré d'une certaine hauteur, le pendule sert à rompre l'éprouvette tout en continuant son mouvement jusqu'à atteindre une hauteur inférieure à la hauteur initiale. On mesure ainsi la résilience du matériau (exprimée en kJ/m²), à partir de la relation suivante :

$$a = \frac{E_c}{b \cdot h} \times 1000 \quad (2.7)$$

Où,

a : Résistance au choc (kJ/m^2) ;

b : Largeur de l'éprouvette (mm) ;

h : Épaisseur de l'éprouvette (mm) ;

E_c : Énergie absorbée (J).

Les essais d'impact ont été réalisés suivant la norme ASTM D 4814 et les dimensions d'éprouvettes sont de 64 mm x 12 mm x 3 mm (Tableau 2.1). La machine utilisée est un pendule Zwick/Roell, modèle HIT.5P illustrée à la figure 2.9. Pour chaque formulation, 10 éprouvettes ont été testées.



Figure 0.9: Machine Zwick/Roell, modèle HIT.5P utilisée pour l'essai d'impact

2.2.4.2. Caractérisation des propriétés physiques

2.2.4.2.1. Densité

Des mesures de profils densitométriques par balayage de rayon X ont été effectuées à l'aide de la machine QMS modèle QTRS-01X (Knoxville, États-Unis) (Figure 2.10).

Si on veut calibrer et mesurer la densité exacte de nos échantillons, on doit savoir la densité du matériau à tester; pour cela on a mesuré le volume et la masse de l'éprouvette pour estimer la densité apparente de chaque formulation. Puis, les valeurs de densité calculées ont servi pour calibrer le densitomètre avant chaque test. Le profil de densité trouvé par la machine est utilisé pour calculer la densité moyenne de chaque formulation. La densité moyenne nous donne des valeurs plus précises et plus proche de la densité réelle de notre matériau. Ainsi, ce profil est utilisé pour évaluer la dispersion des fibres dans la matrice polymère en calculant l'écart-type. Un écart-type important se traduit par la présence des plusieurs zones où la densité est augmentée ou/et diminuée brusquement; ces zones montrent une mauvaise dispersion des fibres.

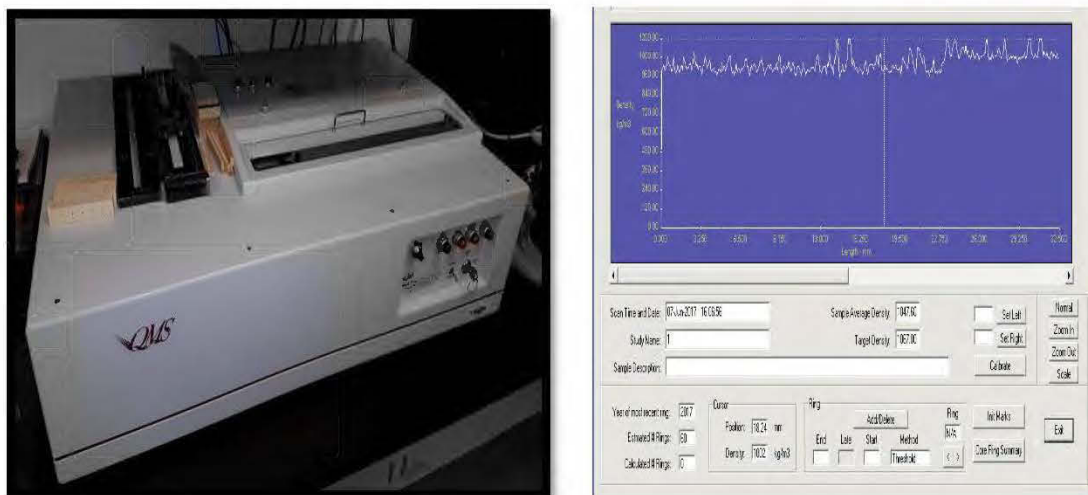


Figure 0.10: Machine de mesure de densité QMS modèle QTRS-01X

2.2.4.2.2. Absorption d'eau

L'absorption d'eau permet d'évaluer d'éventuelles variations de masse et de volume de certains matériaux utilisés en contact avec de l'eau ou exposés à l'humidité. L'absorption peut être déterminée :

- Soit par immersion dans l'eau froide ou dans l'eau bouillante;
- Soit par exposition dans une enceinte à humidité et température définies;

La mesure de cette propriété est définie par la formule suivante:

$$A(\%) = \frac{M_{\text{eau}}}{M_i} \times 100 = \frac{M_h - M_i}{M_i} \times 100 \quad (2.8)$$

$$G(\%) = \frac{V_h - V_i}{V_i} \times 100 \quad (2.9)$$

Où :

$A\%$: Taux d'absorption;

$G(\%)$: Taux de gonflement;

M_{eau} : Masse de l'eau;

M_i : Masse du CBP à l'état initial;

M_h : Masse du CBP après immersion dans l'eau;

V_i : Volume du CBP à l'état initial;

V_h : Volume du CBP après l'immersion dans l'eau

Afin de déterminer les caractéristiques physiques des différents mélanges, on a réalisé des essais d'absorption d'eau en portant nos éprouvettes ayant des dimensions de 50 mm x 3 mm (Tableau 2.1) dans un milieu contenant de l'eau distillée. L'eau existante sur la surface a été enlevée avec un chiffon et les échantillons ont été immédiatement pesés à 0,0001g près par une balance analytique d'une portée maximale de 220 g et un temps de stabilisation égale à 1,5 s. Enfin, nous avons mesuré l'épaisseur des échantillons à l'aide d'un micromètre de marque Starrett (Athol, États-Unis) et d'une précision de $\pm 0,001$ mm. Trois échantillons ont été testés pour chaque formulation. L'évaluation du gain massique et du gonflement volumique a été appliquée à des temps de 48, 168, 336, 504, 672, 1440, 2160, 2880, 3600 et 4320 heures (équivalent simultanément à 48 heures, 1, 2, 3 semaines, 1, 2, 3, 4, 5, 6 mois). Ce test a été réalisé en utilisant la méthode de l'immersion à long terme selon la norme ASTM D 570.

2.2.4.2.3. Angle de contact

Pour mesurer la mouillabilité des CBP, nous avons utilisé la méthode de l'angle de contact. Le principe de cette méthode est de mesurer l'angle de contact entre une goutte de liquide et la surface du CBP. Les études de mouillabilité impliquent habituellement la mesure des angles de contact en tant que données primaires (Figure 2.11). Les petits angles de contact ($\gg 90^\circ$) correspondent à une mouillabilité élevée, tandis que les angles de contact importants ($\ll 90^\circ$) correspondent à une faible mouillabilité (Yuan et Lee, 2013). L'appareil utilisé pour déterminer ces mesures est un goniomètre de la compagnie DataPhysics modèle OCA 15EC (Figure 2.12).

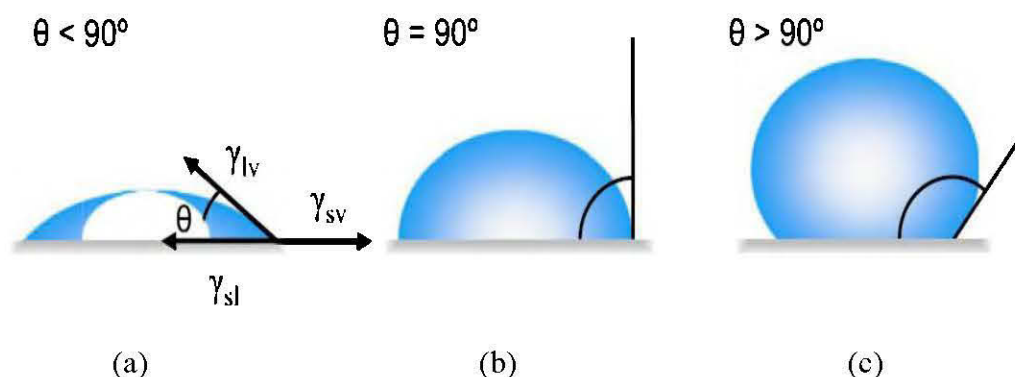


Figure 0.11: Illustration des angles de contact formés par des liquides sessiles sur une surface solide homogène avec (a) faible mouillabilité; (b) mouillabilité moyenne; (c) une mouillabilité élevée (Yuan et Lee, 2013)

La technique de mesure est basée sur la capture rapide d'images et sur l'analyse automatique de ces images. La précision de mesure de l'angle de contact est de $\pm 3^\circ$. Ces images ont été analysées avec le logiciel SCA 26 qui identifie la ligne de base des gouttes. Les angles ont été déterminés après une durée de 30 secondes pour que la goutte d'eau se stabilise. Plus de cinq répétitions ont été effectuées pour chaque formulation. Les éprouvettes utilisées sont des éprouvettes de traction (Tableau 2.1)



Figure 0.12: Goniomètre de marque DataPhysics, modèle OCA 15EC

2.2.4.3. Caractérisation des propriétés de la surface

Pour étudier l'adhésion entre les fibres de bois et la matrice polymère on a utilisé le microscope électronique à balayage (MEB) de marque HITACHI, modèle S3500N (Tokyo, Japon) (Figure 2.13) équipé d'un détecteur d'électrons secondaires. Le principe du MEB est basé sur l'interaction électrons-matière. Un faisceau d'électrons primaires est acheminé vers l'échantillon à l'aide d'un canon à électrons sous un vide secondaire; ensuite, les signaux émis par l'échantillon créeront l'image. On utilise essentiellement deux principes physiques pour créer des images :

- L'émission d'électrons secondaires : un atome est bombardé par des électrons.
- La rétrodiffusion des électrons interagissant avec des atomes.

Puisque les CBP possèdent une faible conductivité électrique, on doit métalliser les échantillons avant l'observation par le MEB. Les échantillons ont été fracturés dans l'azote liquide; puis, le dépôt d'une couche d'argent a été effectué.

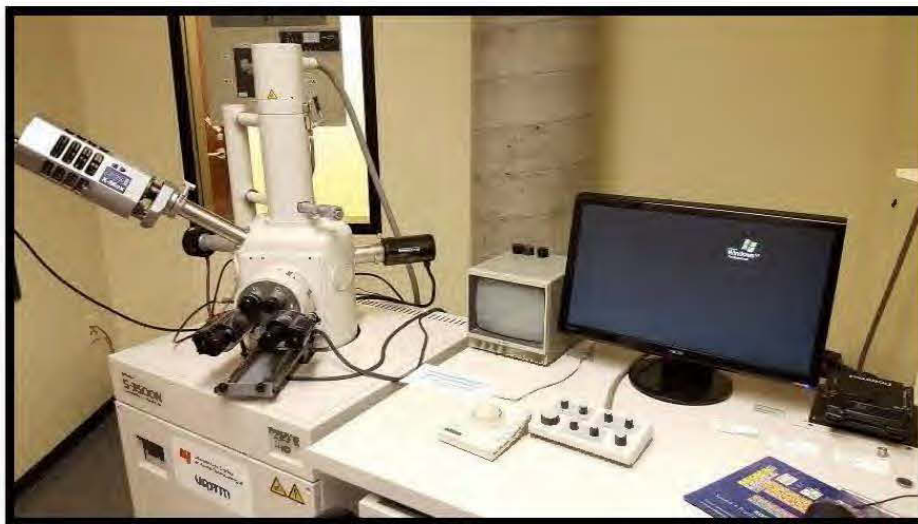


Figure 0.13: Microscope électronique à balayage (MEB)

Pour l'étude de la structure chimique des CBP, on a utilisé la même méthode qu'on a utilisée pour étudier la structure chimique des fibres, soit l'analyse par la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) à l'aide de l'appareil IRTracer-100 de la compagnie Shimadzu (Figure 2.5).

2.2.4.4. Caractérisation des propriétés thermiques

L'appareil utilisé pour l'analyse calorimétrique différentielle à balayage est le modèle Q20 de TA instrument (New Castle, États-Unis) (Figure 2.14). Les échantillons pesants entre 2 et 4 mg ont été placés dans des creusets scellés en aluminium et chauffé à partir de la température ambiante (23°C) jusqu'à 220°C à une vitesse de chauffage de 20°C/min et maintenu à cette température pendant 5 minutes pour éliminer les antécédents thermiques, puis refroidis à 30°C avec une vitesse de refroidissement de 20°C/min puis maintenus à cette température pendant 5 min. Par la suite, le même cycle se répète. Tous les cycles de chauffage et de refroidissement dans les études de fusion et de cristallisation ont été effectués sous l'écoulement d'azote à un débit de 10 ml/min pour empêcher l'oxydation des échantillons. Le taux de cristallinité ($X_c\%$) a été

déterminé à partir des valeurs d'enthalpie de fusion du deuxième cycle, et ce en utilisant l'équation suivante :

$$X_c = \frac{\Delta H_{exp}}{\Delta H} \frac{1}{w} \times 100 \quad (2.10)$$

Où :

ΔH_{exp} : enthalpie de fusion expérimentale,

ΔH : enthalpie de fusion du polymère 100% cristallin (égale à 293 J/g pour le PEHD et 207 J/g pour le PP).

w : la fraction massique du polymère dans le CBP.



Figure 0.14: Analyseur calorimétrique différentielle à balayage, modèle Q20 de TA instrument

L'appareil utilisé pour l'analyse thermogravimétrique est le modèle Q50 de TA instrument modèle Q50 (New Castle, États-Unis) (Figure 2.15). Les échantillons pesants entre 2 et 4 mg ont été chauffés à partir de la température ambiante jusqu'à 700°C avec une vitesse de chauffage égale à 20°C/min sous l'écoulement d'azote à un débit de 60 ml/min. Chaque condition expérimentale a été testée deux fois.



Figure 0.15: Analyseur thermogravimétrique (TGA) TA instrument Q50

2.2.4.5. Caractérisation des propriétés rhéologiques

Le rhéomètre à couple (Figure 2.16) sert à simuler le comportement d'un mélange bois-polymère dans une extrudeuse en reproduisant les conditions de mise en forme (Sherman, 2004). Il permet aussi d'évaluer quelques propriétés et caractéristiques du mélange telles que :

- L'influence des additifs
- Les propriétés de fusion
- La température de stabilisation
- L'énergie et la puissance nécessaires pour mélanger
- La viscosité apparente

De manière générale, le comportement d'un polymère dans un rhéomètre à torque se divise en trois zones (Figure 2.17) :

- 1) ***Zone d'alimentation*** où le couple est en croissance jusqu'à ce qu'il atteigne un maximum.
- 2) ***Zone de fusion et de mélange*** où le couple décroît jusqu'à ce qu'il devienne stable.

3) *Zone stabilisée* où le couple reste stable au cours du temps.

La norme ASTM D 2538 postule que la chambre du rhéomètre doit être remplie de 65% à 70% de sa capacité maximale. On a fixé la vitesse de rotation des rotors à 40 RPM, la température à 190°C pour les CBP d'une matrice polypropylène et 170°C pour celle du polyéthylène. Le rhéomètre à couple HAAKE Rheomix 3000p se base à un système intelligent pour la simulation de processus industriels dans les laboratoires.



Figure 0.16: Rhéomètre à couple Haake Rheomix 3000p

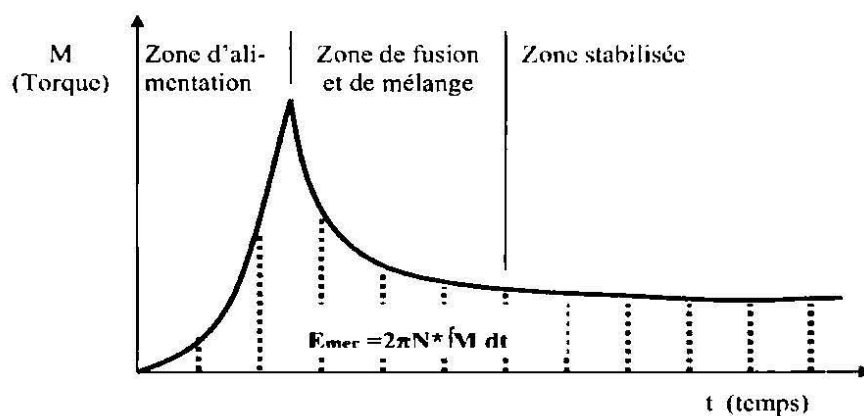


Figure 0.17: Comportement d'un polymère dans un rhéomètre à torque (Soucy, 2007)

Le rhéomètre est l'instrument pour identifier les spécifications rhéologiques des polymères et des CBP. Le type le plus populaire est le rhéomètre rotatif qui a été établi comme l'outil le plus fiable pour évaluer les propriétés rhéologiques des polymères chargés. La figure 2.18 montre plusieurs modèles de ces rhéomètres. L'instrument est constitué de deux plaques dont l'une est stationnaire et l'autre rotative tandis que le matériau examiné remplit l'espace entre les deux plaques (Dealy et Wissbrun, 2012; Shenoy, 2013).

Des expériences telles que le balayage de contrainte ou de déformation révèlent certains aspects des propriétés rhéologiques du matériau qui peuvent être effectuées sur le rhéomètre à plaque rotative. Il est possible d'effectuer deux types d'expérience dans un rhéomètre rotatif : cisaillement unidirectionnel et cisaillement oscillatoire. Dans le mode de cisaillement unidirectionnel, la plaque tourne complètement dans une direction, mais en mode de cisaillement oscillatoire la plaque effectue une rotation de va-et-vient (Dealy et Wissbrun, 2012; Jam, 2007).

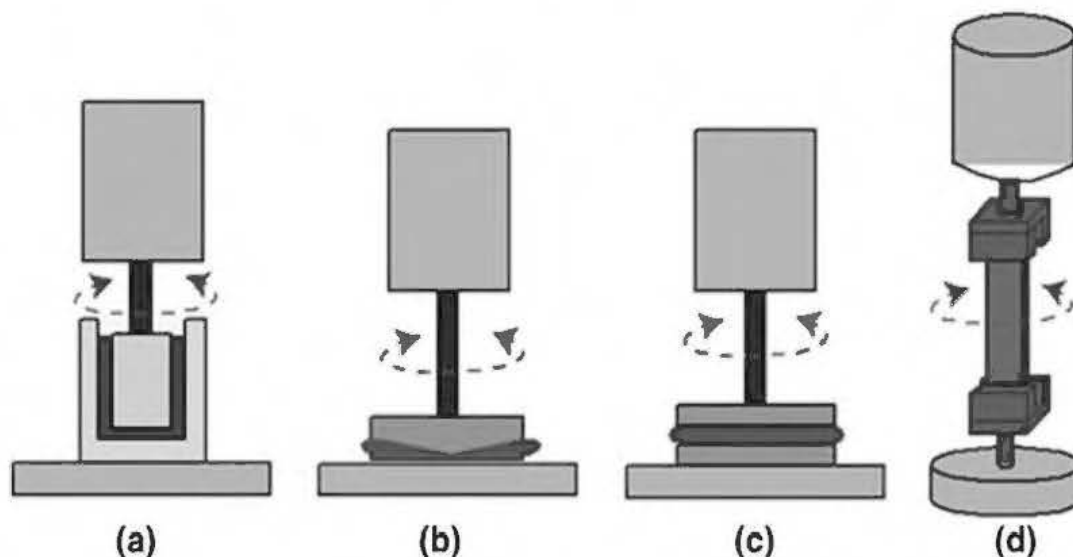


Figure 0.18: Modèle de rhéomètre plaque rotative; (a) un cylindre concentrique, (b) cône et plaque, (c) plaques parallèles et (d) torsion rectangulaire (Talimi, 2011).

Les propriétés rhéologiques des CBP ont été mesurées à l'aide d'un rhéomètre compact modulaire MCR 302, Anton Paar (Autriche) (Figure 2.19). La géométrie plan / plan a été utilisée avec un rayon de plaque de 25 mm avec un entrefer de 2,25 mm. Selon (Bibbo et al., 1985), cet entrefer permet de négliger les effets de parois. En effet, les particules de bois deviennent influentes dans la fluidité du CBP fondu entre les plaques puisque l'augmentation de la distance d'écart pourrait réduire l'effet de la taille des particules de bois et ainsi augmenter la fluidité (Soury et al., 2012). Les échantillons sont de diamètre 25 mm et d'une épaisseur qui varie entre 3 et 6 mm. Pour chaque condition expérimentale, deux répétitions ont été réalisées. La température de l'échantillon a été fixée à 170°C pour les CBP avec une matrice de PEHD et à 190°C pour celle à base du PP. Une déformation constante de 2% est appliquée pour rester dans la zone linéaire (Godard et al., 2008). Le balayage en fréquence couvre la plage de 0,01 à 100 Hz (7 points par décade).

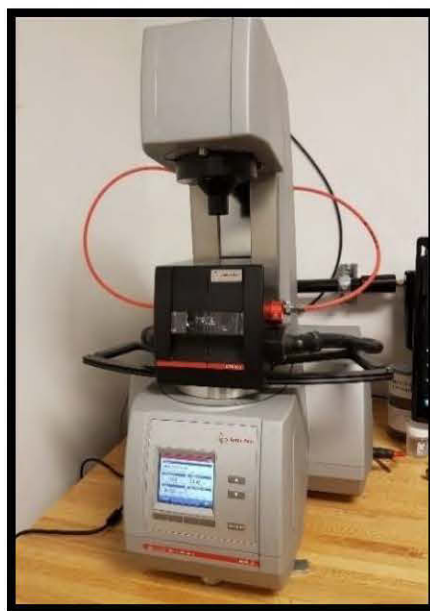


Figure 0.19: Rhéomètre rotatif MCR 302, Anton Paar

2.2.5. Analyse statistique des résultats

Des analyses de variance (ANOVA) ont été réalisées pour interpréter les effets des variables (la température de traitement, la proportion des fibres et le type du polymère) sur les variables réponses, soient les propriétés mécaniques et physiques. Toutes les analyses statistiques utilisent un modèle linéaire général multivarié avec un niveau de signification de $\alpha = 0,05$ et $\alpha = 0,01$. Le modèle linéaire général utilise les méthodes des moindres carrés pour estimer et tester les hypothèses sur ces effets. Les analyses statistiques ont été réalisées à l'aide du logiciel IBM SPSS statistics version 22. Le modèle est le suivant :

$$Y_i = A + B + C + AxB + Ax C + Bx C + Ax Bx C \quad (1.1)$$

On note :

Y_i : Module d'élasticité en traction

Module de rupture en traction

Déformation maximale en traction

Énergie d'impact

Module d'élasticité en flexion

Module de rupture en flexion

Déformation maximale en flexion

Angle de contact

Gonflement volumique

Gain massique

A : Proportion de fibres

B : Type de polymère

C : Température de traitement

CHAPITRE III

RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

3.1 Propriétés mécaniques

Les résultats des propriétés de traction et de la résistance à l'impact sont donnés en détail à l'annexe 3. On présente les effets de la proportion des fibres, de la température du traitement et du type de polymère sur les modules d'élasticité (MOE) et de rupture (MOR), la déformation maximale et l'énergie d'impact. Les résultats des propriétés en flexion sont présentés à l'annexe 4. Les résultats de l'analyse de variance sont résumés au tableau 3.1.

L'augmentation de la température de traitement de fibres diminue le MOR, le MOE (Figures 3.1 et 3.2, respectivement) et la déformation maximale des CBP avec une matrice de PP. Pour les CBP avec une matrice de PEHD la déformation maximale diminue lorsqu'on traite les fibres à 315°C et augmente à des températures de 400°C et de 445°C (Figure 3.3). Dans les cas de traitements à 400°C et à 445°C, l'énergie d'impact a subi une augmentation pour le CBP avec une matrice de PEHD mais elle a diminué pour le CBP avec une matrice de PP (Figure 3.4). La diminution de l'énergie d'impact est souvent liée non seulement à l'augmentation de la rigidité des CBP, mais aussi à l'amélioration de l'adhésion entre la fibre et la matrice (Hristov et al., 2004 ; Yang et al., 2007). Cependant, dans notre cas, la rigidité et l'adhésion interfaciale ont diminué. Cette diminution est due à l'affaiblissement de l'effet de l'agent de couplage suite à la réduction du groupement hydroxyle dans le bois traité thermiquement (Tjeerdsma et Militz, 2005).

Les résultats des analyses de variance qui figurent sur le Tableau 3.1 indiquent que toutes les interactions entre les facteurs sont significatives pour la déformation maximale en flexion et pour les MOE et les MOR en traction et en flexion. Ainsi, on trouve que l'interaction (AxB) est significative pour l'énergie d'impact alors que

l'interaction (BxC) est significative pour l'énergie d'impact et la déformation maximale en traction. On observe aussi que tous les facteurs étudiés ont des effets significatifs sur toutes les propriétés mécaniques étudiées.

L'ajout des fibres dans le CBP augmente son module d'élasticité ainsi que son module de rupture en traction. Par contre, l'augmentation de la teneur en fibres diminue la déformation maximale du composite et son énergie d'impact (Figures 3.3 et 3.4). On observe aussi une diminution de l'influence de la teneur en fibres sur MOR et MOE avec l'augmentation de la température du traitement (Figures 3.1 et 3.2). En effet, pour le traitement à 445°C, on trouve que les valeurs du MOR sont très proches pour les différentes teneurs de fibres (autour de 38 MPa pour les CBP avec une matrice de PP). Ceci est en accord avec les résultats de Das et al. (2017) qui ont étudié l'effet d'ajout de fibre de pin traité à 500°C sur les propriétés mécaniques des CBP. Ils ont trouvé que le MOR n'est pas influencé par l'ajout de fibres et il a demeuré autour de 30 MPa; ceci est expliqué par la diminution du groupements fonctionnelles à la surface de la fibre traitée à 500°C et donc l'affaiblissement de l'effet de l'agent de couplage avec le PP. Par conséquent, l'absence d'une forte liaison interfaciale entre le bois traité et le PP a entraîné des valeurs de MOR similaires à celles du PP pur. En outre, le bois traité peut être potentiellement fonctionnalisé s'il est utilisé en conjonction avec des agents de couplage pour créer une bonne liaison interfaciale avec la matrice PP.

Par contre, Ayrimis et al. (2015) ont utilisé le charbon dans des CBP avec une matrice de PP. Ils ont trouvé que le charbon a amélioré les propriétés mécaniques. En effet, le charbon est très poreux, de se fait le polymère pénètre dans ses pores. Ainsi, la surface de contact entre la fibre et la matrice polymère augmente ce qui représente la raison principale d'augmentation de la résistance à la traction et à la flexion.

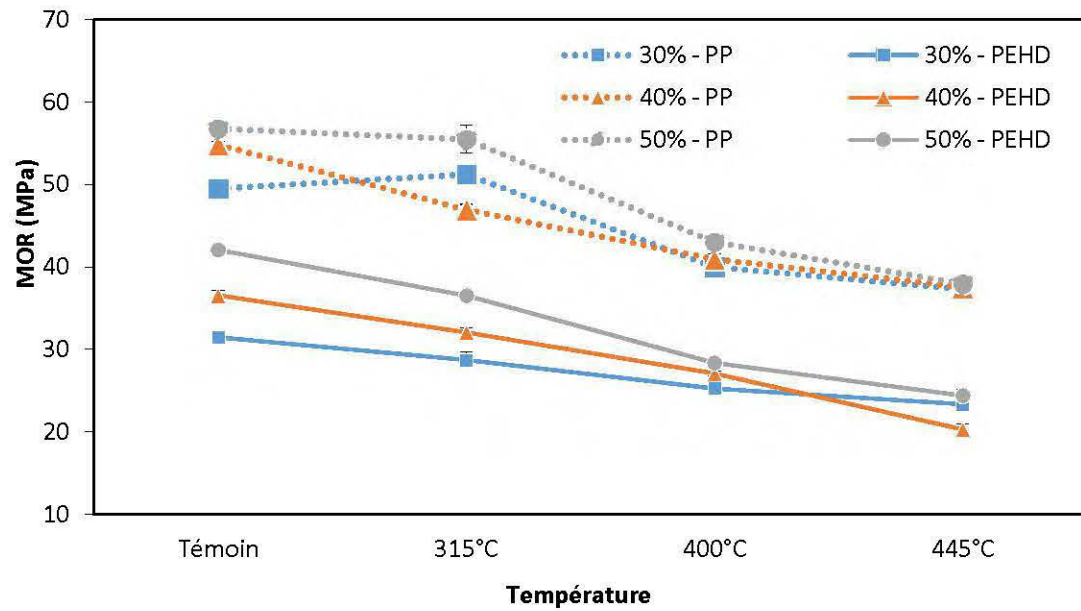


Figure 3.1: Variation du MOR en traction des CBP de différents taux de fibres en fonction de la température du traitement

Dans le cas des propriétés en flexion, la teneur en fibres, les températures de traitement et le type de polymère ont des effets similaires à ceux observés pour les propriétés en traction. En effet, on remarque la même diminution du MOE et du MOR pour le CBP de 40% de fibres traitées à 315°C avec une matrice de PP (Figures 3.5 et 3.6).

Tableau 3.1 : Résultats des analyses de variance (valeur F) pour les propriétés mécaniques.

| Source | Traction | | | Énergie d'impact | Flexion | | |
|--|----------|-----------|------------|---------------------|----------|----------|------------|
| | MOE | MOR | ϵ | | MOE | MOR | ϵ |
| Proportion de fibres (A) | 1985,3** | 4447,1** | 595,6** | 1421,5** | 1009,1** | 1833,3** | 120,3** |
| Type de polymère (B) | 2396,2** | 11759,5** | 35,02** | 92,57** | 1802,1** | 6042** | 203,3* |
| Température de traitement (C) | 1358,3** | 89,6** | 3,8* | 16,1** | 687,9** | 813,36** | 18,1** |
| A x B | 97,4** | 434,2** | 1,5ns | 5,9** | 75,7** | 215,3** | 15,6** |
| A x C | 104,4** | 102** | 0,97ns | 1,04ns | 61,7** | 32,9** | 10,2** |
| B x C | 12,6** | 120,3** | 17,5** | 32,2** | 13,9** | 10** | 14,5** |
| A x B x C | 37,5** | 26,3** | 1,06ns | 1,29ns | 17,5** | 10,3** | 2,9** |

*: significatif à 0,05 ; **: significatif à 0,01 ; ns : non significatif

La déformation maximale diminue avec l'augmentation de la proportion des fibres, mais l'effet de la température est caractérisé avec une légère augmentation comparativement aux fibres non traitées (Figure 3.7).

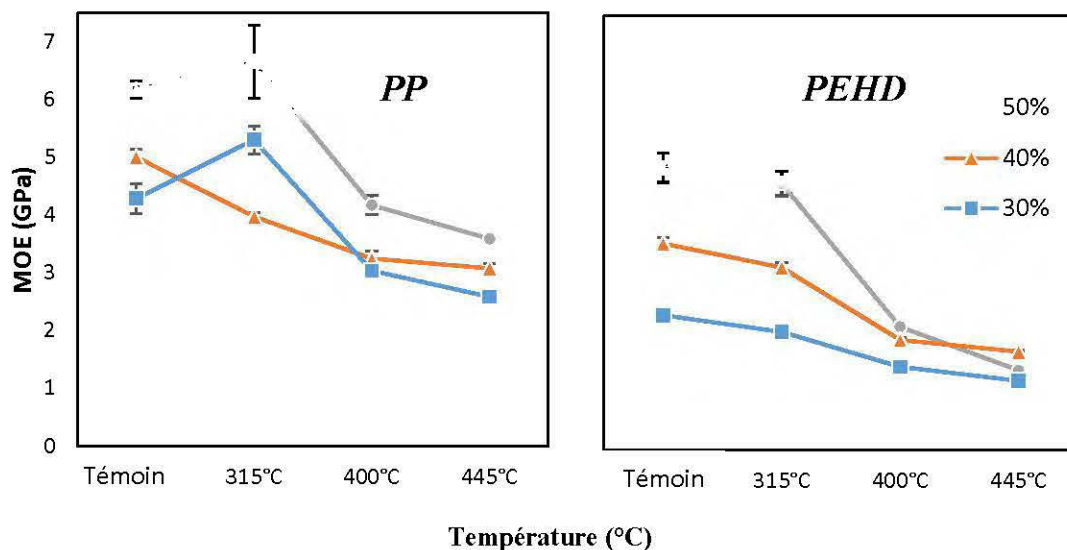


Figure 3.2: Variation du module d'élasticité en traction des CBP de différents taux de fibres en fonction de la température du traitement.

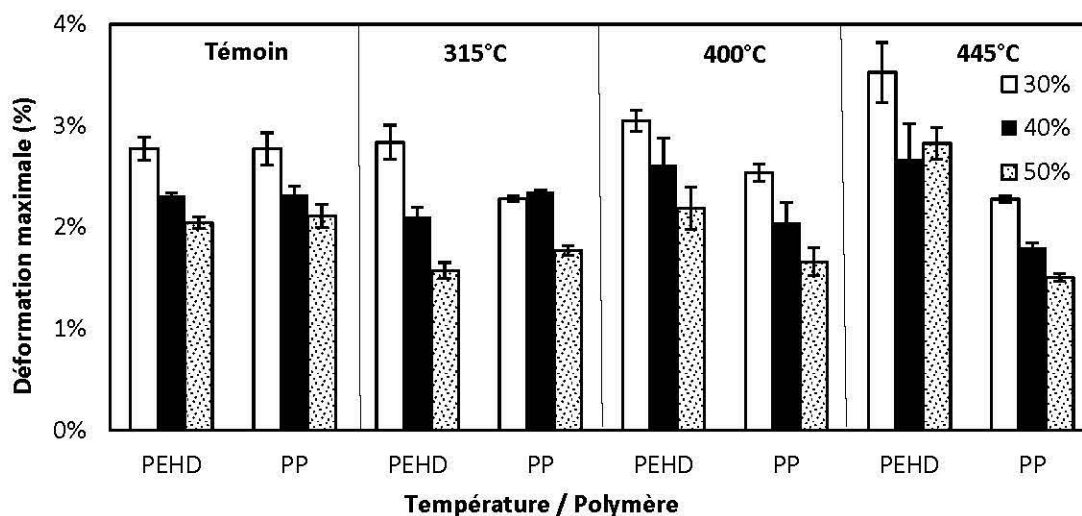


Figure 3.3: Comparaison de la déformation maximale en traction des CBP de différents taux de fibres entre PEHD et PP en fonction de la température du traitement

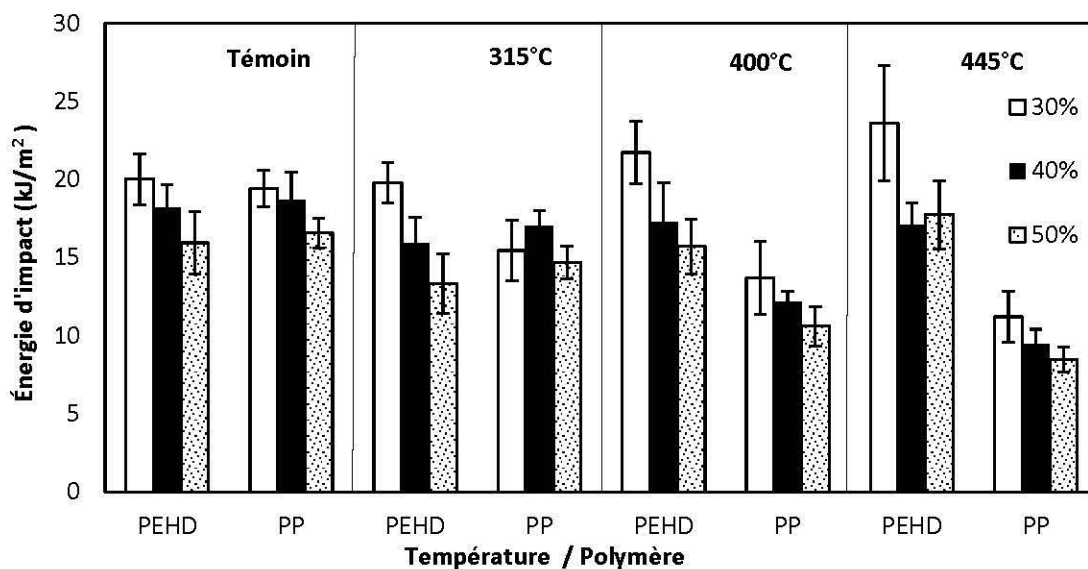


Figure 3.4: Comparaison de l'énergie d'impact des CBP de différents taux de fibres entre PEHD et PP en fonction de la température du traitement.

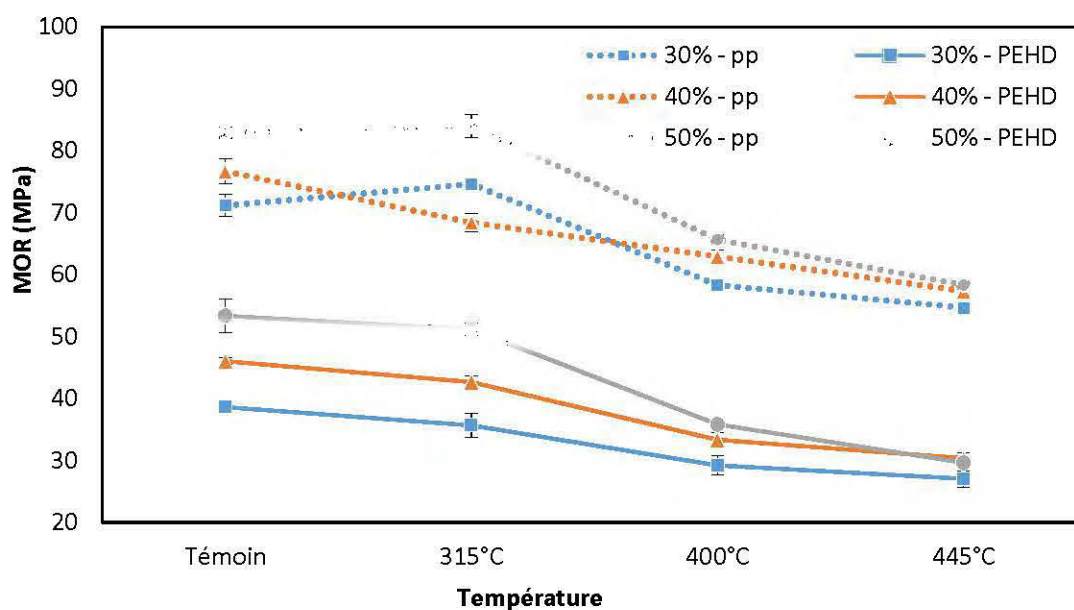


Figure 3.5: Modules de rupture en flexion des CBP de différents taux de fibres en fonction de la température du traitement.

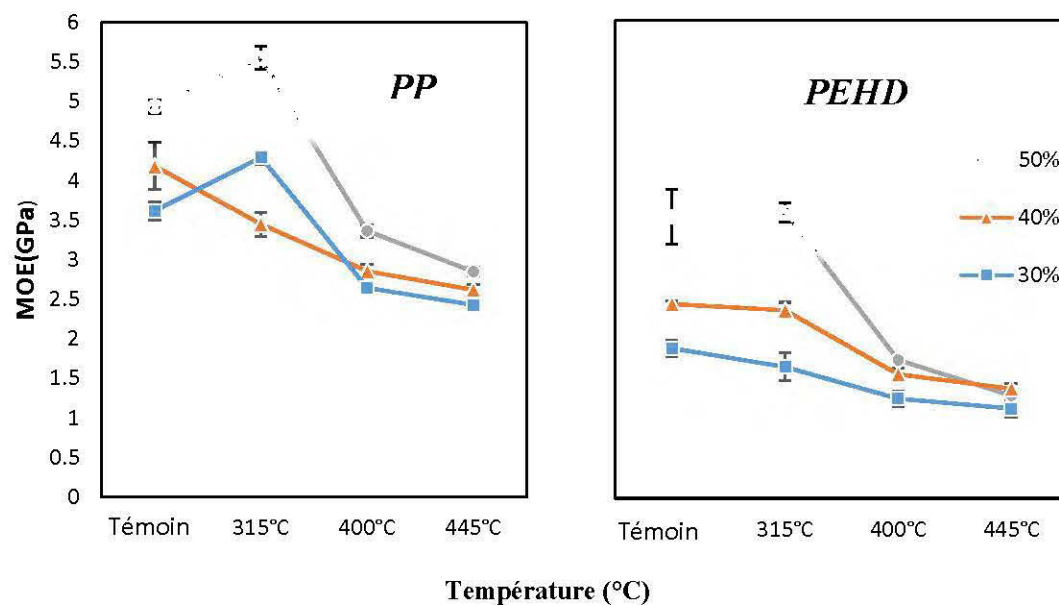


Figure 3.6: Modules d'élasticité en flexion des CBP de différents taux de fibres en fonction de la température du traitement.

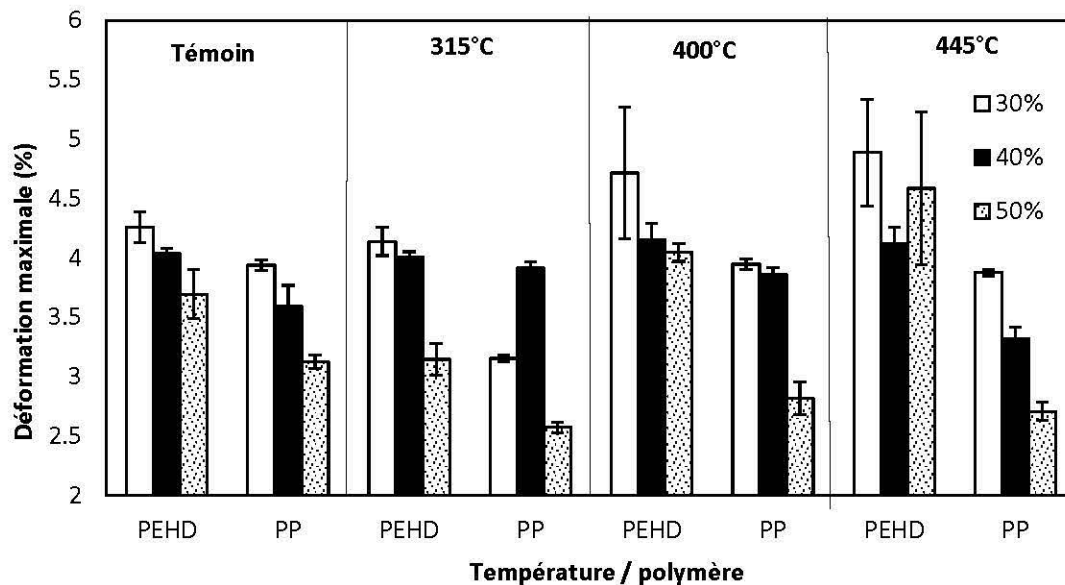


Figure 3.7: Comparaison de la déformation maximale en flexion des CBP à différents taux de fibres entre PEHD et PP et à différentes températures du traitement.

3.2 Propriétés physiques

Les résultats des analyses de variance (Tableau 3.2) indiquent que toutes les interactions sont significatives sur le gain massique; ainsi, seulement l'interaction (AxC) est significative sur le gonflement volumique et l'angle de contact. Cependant, tous les facteurs étudiés ont des effets significatifs sur toutes les propriétés physiques, à l'exception du type du polymère qui a un effet non significatif ni sur le gonflement volumique ni sur le gain massique. Cela montre que, pour le gain massique, les effets de la proportion de fibres, de la température de torréfaction et de l'interaction entre les deux dépendent de la matrice polymère. Ainsi, l'effet de la proportion de fibres sur les propriétés étudiées dépend de la température de torréfaction et vice versa.

Tableau 3.2 : Résultats des analyses de variance (valeur F) pour les propriétés physiques.

| Source | Angle de contact | Absorption d'eau | |
|-------------------------------|------------------|----------------------|---------------|
| | | Gonflement volumique | Gain massique |
| Proportion de fibres (A) | 6,96** | 90,8** | 354,5** |
| Type de polymère (B) | 13,5** | 0,32ns | 0,15ns |
| Température de traitement (C) | 20,5** | 179** | 155,1** |
| A x B | 3,7* | 1,7ns | 4,3** |
| A x C | 2,9* | 8,7** | 27,1** |
| B x C | 0,9ns | 1,97ns | 21,8** |
| A x B x C | 1,3ns | 0,67ns | 5,2** |

*: significatif à 0,05 ; **: significatif à 0,01 ; ns : non significatif

3.2.1. Masse volumique

La masse volumique de l'épinette noire se situe entre 400 et 440 kg/m³ tandis que celle du PEHD est de 952 kg/m³. Cependant, les résultats dans la figure 3.8 montrent que l'augmentation de la proportion du bois qui est le composant le moins dense a augmenté la masse volumique du CBP. Ceci est dû au fait que le polymère a rempli les vides dans la fibre et donc on doit considérer la masse volumique de la paroi cellulaire et non du bois. On trouve que la masse volumique de la paroi cellulaire est autour de 1500 kg/m³ (Migneault et al., 2009), et c'est ce qui explique l'augmentation de la masse volumique du CBP.

La figure 3.8 montre que la masse volumique des CBP a augmenté légèrement par la torréfaction à 315°C, mais elle diminue significativement avec les traitements de 440 et 445°C.

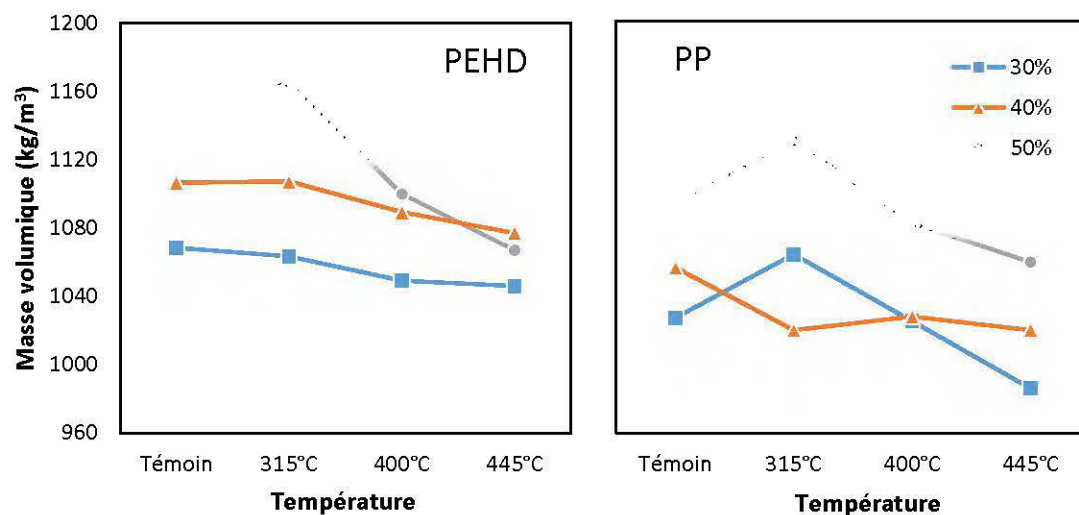


Figure 3.8: La masse volumique des CBP en fonction de la température de torréfaction

On remarque que le CBP produit avec 40% de fibres et une matrice de PP est une exception. Cela peut être lié aux fibres torréfiées qu'on a utilisées, car à 315°C parfois les hémicelluloses se dégradent complètement et d'autres fois, ils se dégradent

partiellement. Aussi, on observe une augmentation de la masse volumique des CBP avec l'ajout de la fibre torréfiée; la masse volumique de la paroi cellulaire de la fibre torréfiée est toujours plus grande que celle de la matrice polymère, mais elle est inférieure à celle de la fibre non torréfiée.

3.2.2. Absorption d'eau

Les résultats de l'essai d'immersion dans l'eau montrent que la torréfaction a diminué le gain massique des CBP (Annexe 5). En effet, autant la teneur en fibres augmente, autant l'effet de la température est constaté (Figure 3.9). L'absorption d'eau des CBP augmente significativement lorsque la teneur en fibre augmente. Les CBP de bois traités à 400°C ont un gonflement volumique faible (moins de 0,8%), tandis que ceux traités à 445°C ont eu un gonflement volumique négligeable après 6 mois d'immersion dans l'eau (Figures 3.10-3.12). Cependant, ces deux types de CBP ont des gains massiques égaux (Figure 3.13), environ la moitié du gonflement du CBP avec le bois non traité (témoin). La raison la plus probable du gonflement volumique négligeable et du faible gain massique des CBP traités à 445°C est que la fibre de bois devient hydrophobe suite au traitement à des températures élevées. Ces températures sont suffisamment hautes pour dégrader les hémicelluloses, les éléments les plus susceptibles d'absorber de l'eau (Fang et al., 2013). Celles-ci ont aussi dégradé une partie de la cellulose qui est aussi responsable de l'absorption de l'eau (Li et al., 2007). Cependant, l'eau peut pénétrer dans les vides du CBP, ce qui entraîne l'augmentation de la masse de l'échantillon. La figure 3.14 montre que dans le cas du témoin, les CBP avec une matrice de PP absorbent moins d'eau par rapport à ceux en PEHD alors qu'ils ont absorbé plus d'eau pour les traitements à 400 et 445°C. Donc, pour les CBP à base de fibres non traitées, l'utilisation du PP est plus performante au niveau de l'absorption d'eau. Alors que l'extrusion du PEHD avec des fibres torréfiées à 400 et 445°C, sert à former des CBP plus résistants à l'eau en termes de masse et d'épaisseur que les CBP avec une matrice de PP.

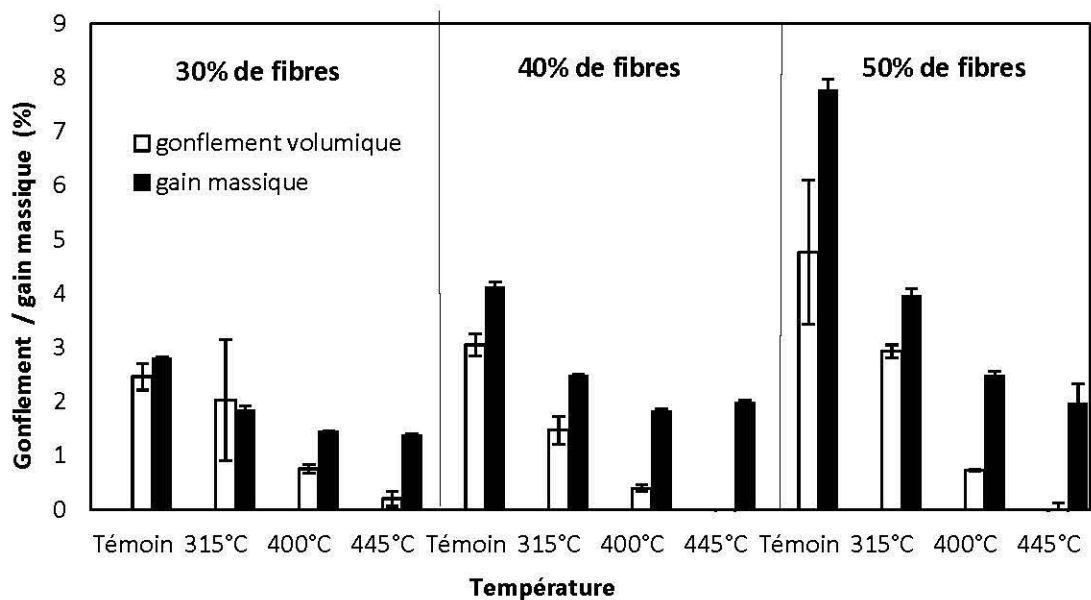


Figure 3.9: Comparaison entre le gain massique et le gonflement volumique des CBP avec une matrice de PEHD et différents taux de fibres en fonction de la température du traitement après 6 mois d'immersion dans l'eau.

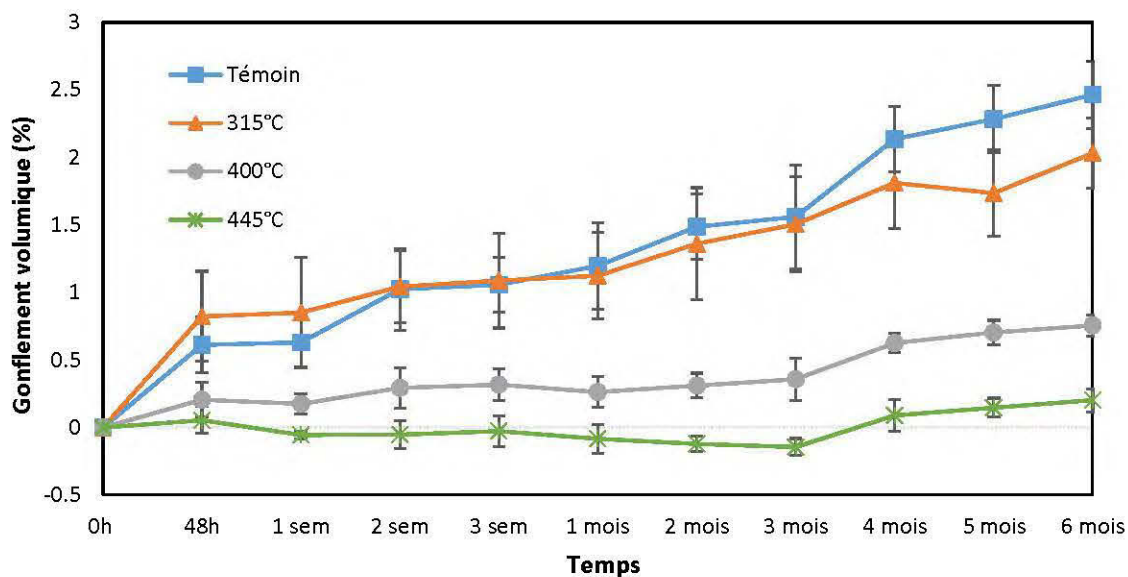


Figure 3.10: Évolution du gonflement volumique des CBP (PEHD) produit avec 30% de fibres traitées à différentes températures et différents temps d'immersion

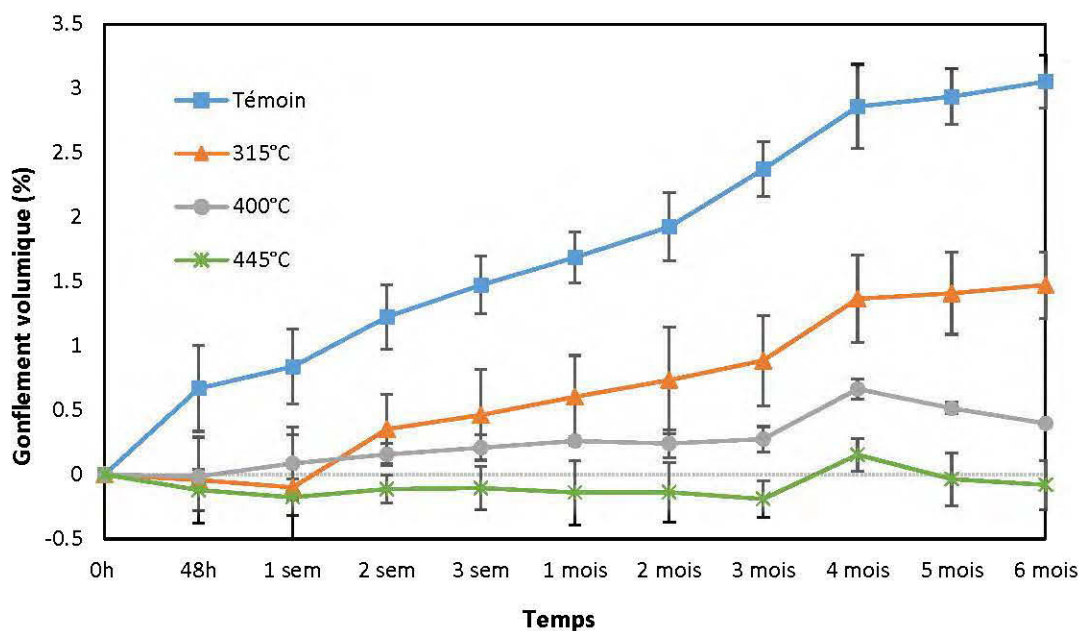


Figure 3.11: Évolution du gonflement volumique des CBP (PEHD) du 40% de fibres traitées à différentes températures et différents temps d'immersion.

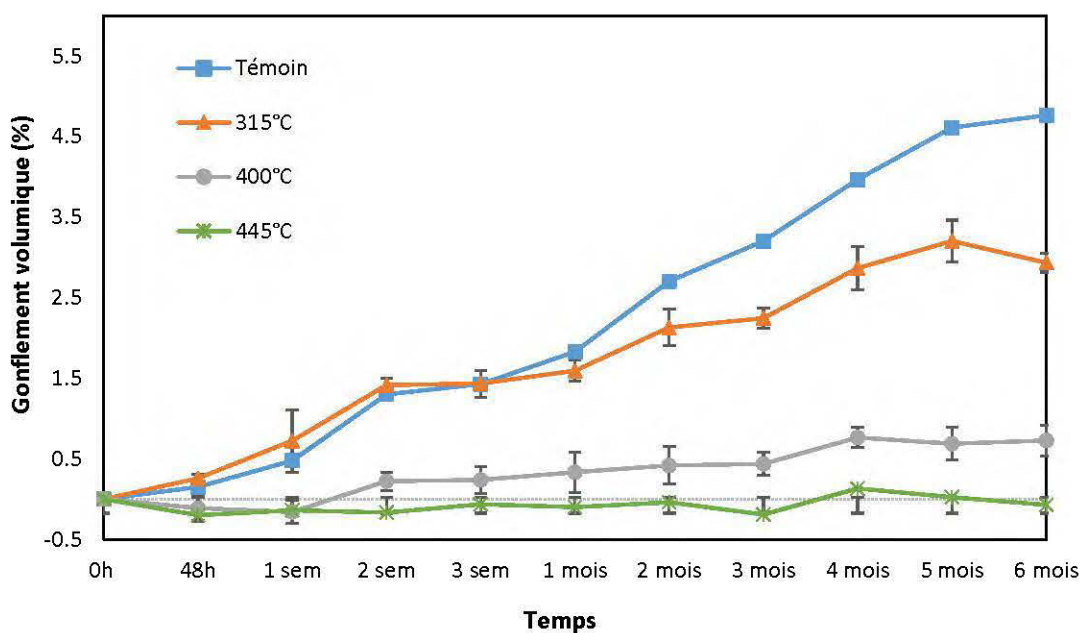


Figure 3.12: Évolution du gonflement volumique des CBP (PEHD) de 50% de fibres traitées à différentes températures en fonction du temps d'immersion

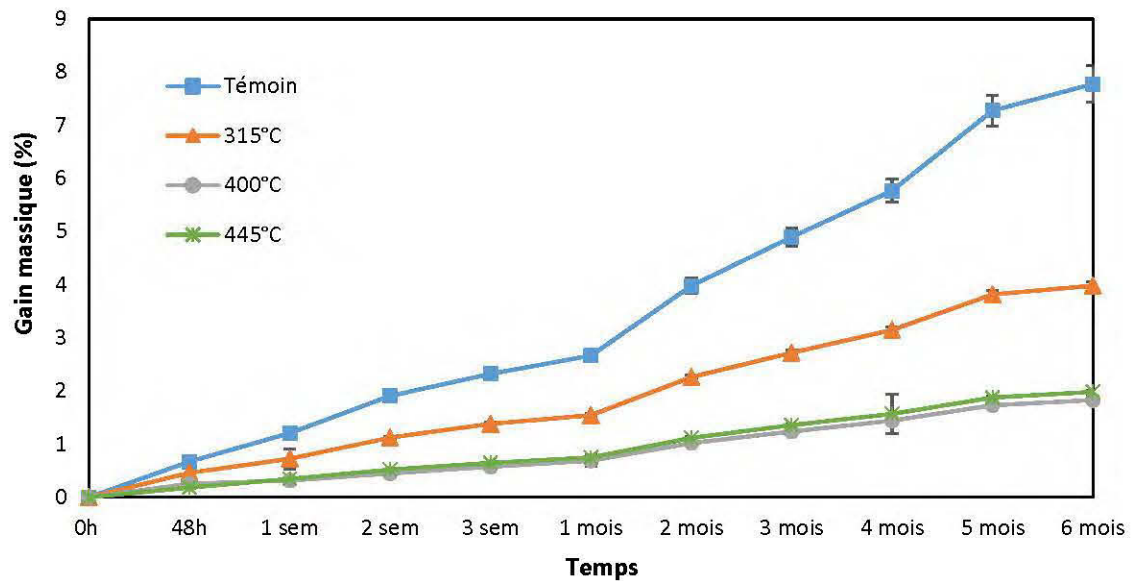


Figure 3.13: Gain massique des CBP (PEHD) du 50% de fibres à différentes températures de traitement en fonction du temps d'immersion.

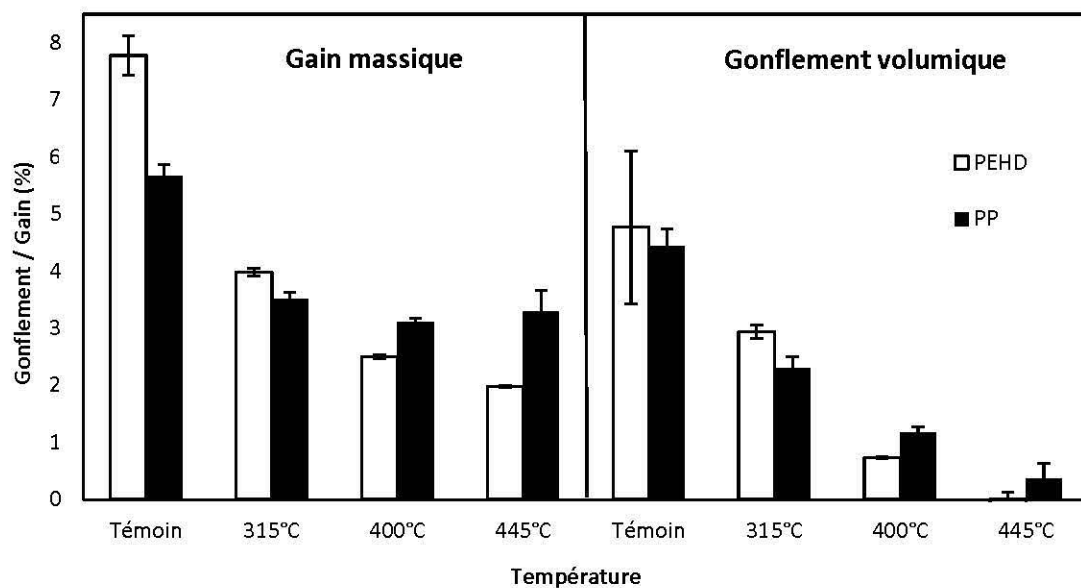


Figure 3.14: Effet du type de polymère sur le gain massique et le gonflement volumique des CBP du 50% de fibres après 6 mois d'immersion dans l'eau

Quelle que soit la matrice utilisée, PP ou PEHD, on sait que suite au traitement thermique, l'adhésion entre la fibre et la matrice est affaiblie (Tjeerdsma et Militz, 2005). Donc l'absorption qui apparaît dans les CBP après la torrefaction peut être liée aux lacunes et aux microfissures formées lors de la mise en forme des CBP. En effet L'absorption d'eau dans les CBP est principalement due à la présence de lumens, de pores fins et des liaisons hydrogène dans la fibre de bois, les lacunes et les défauts aux interfaces ainsi qu'aux microfissures dans la matrice qui sont formées lors de la mise en forme des CBP (Adhikary et al., 2008).

Ayrilmis et al. (2015) ont noté que l'ajout de charbon dans le CBP a amélioré sa stabilité dimensionnelle et a diminué les valeur d'absorption d'eau. Cependant, après 1 mois d'immersion dans l'eau, ils ont trouvé que le CBP avec 60% de charbon a augmenté sa masse de 15% et son épaisseur de 3,6%. Si on les compare avec le CBP de 50% de bois traité à 445°C, on trouve que le bois traité à 445°C est plus résistant à l'eau avec un changement de masse et d'épaisseur 1,2 % et 0,2 %, respectivement.

3.2.3. Angle de contact- mouillabilité

L'augmentation de l'angle de contact peut être interprétée comme une augmentation de l'hydrophobicité (Gindl et al., 2001). L'augmentation de la teneur en polymère diminue les valeurs de rugosité de surface des échantillons de CBP, corroborant les résultats de (Jarusombuti et Ayrilmis, 2011). Hernández et Cool (2008) ont étudié la relation entre la rugosité et la mouillabilité du bois massif. Ils ont noté que de meilleures propriétés de mouillage sont associées à une rugosité de surface plus élevée; cette relation s'applique aussi sur les CBP (Kaymakc et al., 2012). On peut donc expliquer l'augmentation de l'angle de contact avec l'ajout de fibres (Annexe 7). En effet, l'augmentation de la teneur en fibre implique une diminution de la teneur en polymère et, par conséquent, une augmentation de la rugosité, ce qui conduit à l'augmentation de l'angle de contact.

Comme il est montré à la figure 3.15, l'augmentation de la teneur en fibres traitées et de la température de traitement ont augmenté significativement l'angle de contact. Cette augmentation est très importante pour les traitements à 400°C et à 445°C. Ces résultats montrent que la torréfaction des fibres a un effet important sur la mouillabilité des CBP. Les deux types de polymère ont réagi de façon similaire avec la variation de la teneur et température de traitement des fibres de bois; cependant, les CBP avec une matrice de PP montrent des angles de contacts plus élevés.

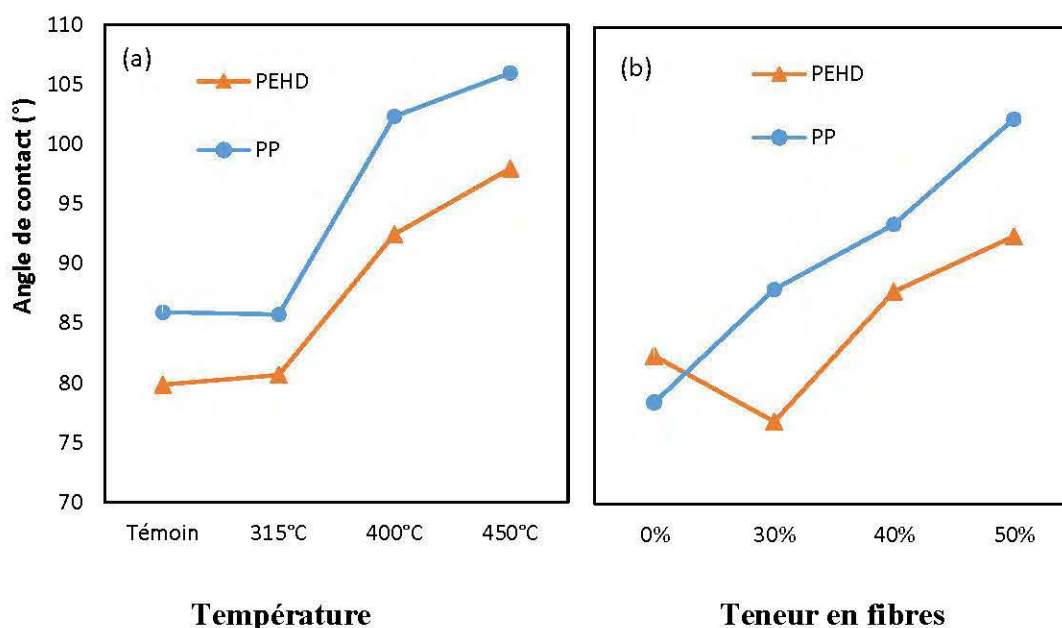


Figure 3.15: (a) Effet de la température de traitement sur l'angle de contact dans des CBP remplis de 50% en fibres ; (b) Effet de l'ajout des fibres traitées sur l'angle de contact dans des CBP à base de fibres traitées à 400°C.

La figure (3.16a) illustre la relation entre l'angle de contact et l'absorption de l'eau. On remarque que pour une teneur fixe en fibres, l'hygroscopicité des CBP diminue linéairement avec l'augmentation de l'angle de contact, donc, il est possible de comparer l'hygroscopicité d'un matériau à un autre avec des mesures de l'angle de contact. Cependant, la figure (3.16b) montre une augmentation de l'hygroscopicité avec l'augmentation de l'angle de contact pour une température de traitement fixe d'une

façon contradictoire au résultat de la figure (3.16a). Puisque l'ajout de fibres augmente l'absorption de l'eau d'un côté, et celui de l'angle de contact d'un autre côté à cause de la rugosité de la surface, cela nous permet de conclure qu'une relation entre l'absorption de l'eau et l'angle de contact ne doit avoir lieu seulement que si la rugosité de la surface est la même.

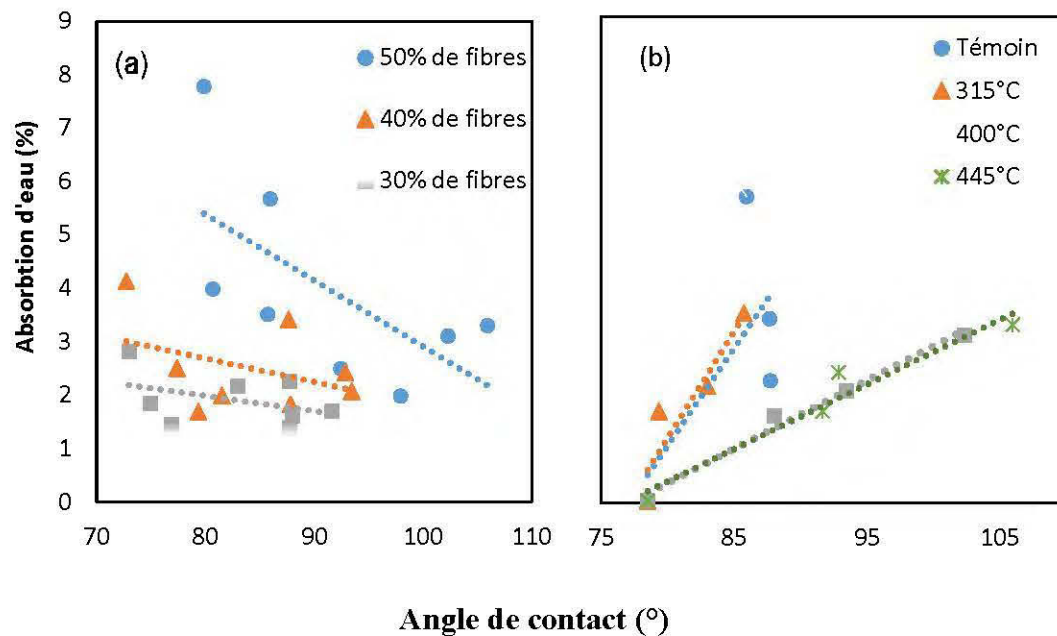


Figure 3.16: Relation entre l'absorption d'eau et l'angle de contact pour chaque teneur en fibres (a) et pour chaque température de torréfaction (b)

3.3 Propriétés morphologiques

Les observations au microscope électronique à balayage (MEB) permettent de vérifier l'effet du traitement thermique sur l'adhésion entre les fibres et la matrice. La figure 3.17 illustre l'adhésion entre les fibres non traitées et la matrice polymère PEHD (noté A et B). Il est possible d'observer que les fibres sont bien encastrées dans la matrice à cause de l'utilisation de l'agent de couplage. On note aussi que les microfibrilles renforcent l'interface fibre-matrice (Migneault et al. 2015).

Le traitement thermique des fibres à 315°C a amélioré légèrement l'adhésion à l'interface, la fibre de bois est plus encastrée avec la matrice polymère PEHD (noté A, figure 3.18a et b). On constate aussi que les fibres ont conservé quelques caractéristiques de la fibre non traitée comme les ponctuations (noté C, figure 3.18b).

Par contre, les traitements à 400°C et 445°C (Figure 3.19a et b, respectivement) ont modifié la structure de la paroi cellulaire des fibres de bois. En effet, on observe la disparition de la ponctuation et de la microfibrille. Aussi, on observe que le polymère a pénétré dans les lumens (noté D) et que les fibres deviennent très fragiles (noté E) (figure 3.19b).

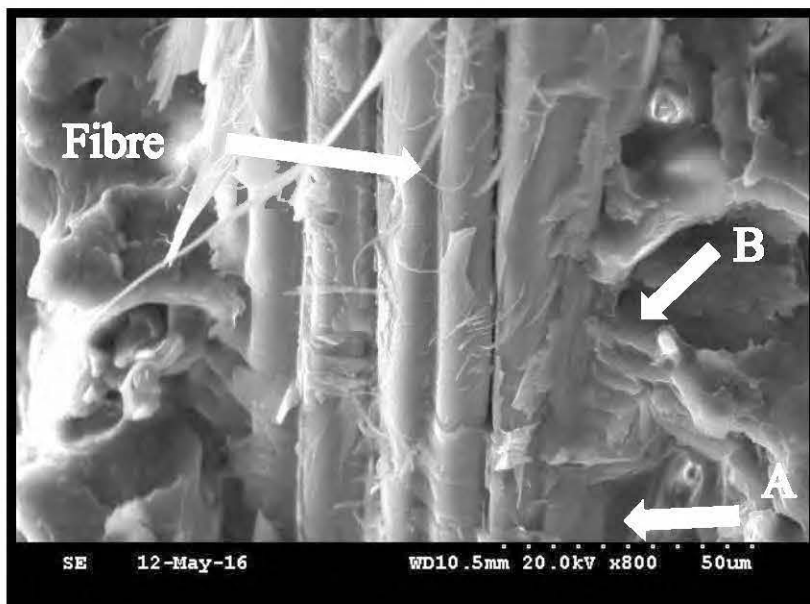


Figure 3.17: Image de microscopie électronique à balayage (MEB) du (PEHD ; 40% Fibres ; non traitée)

Ces résultats peuvent expliquer la diminution des propriétés mécaniques. La figure 3.19 montre que la rupture dans les CBP se fait à la fois dans les fibres (noté D) et dans l'interface fibre-polymère (noté E). Les propriétés mécaniques peuvent être améliorées légèrement si on augmente l'adhésion entre la fibre et la matrice polymère, mais à cause

de la fragilité des fibres, ces CBP restent toujours moins résistants mécaniquement que les CBP à base de bois non torréfié.

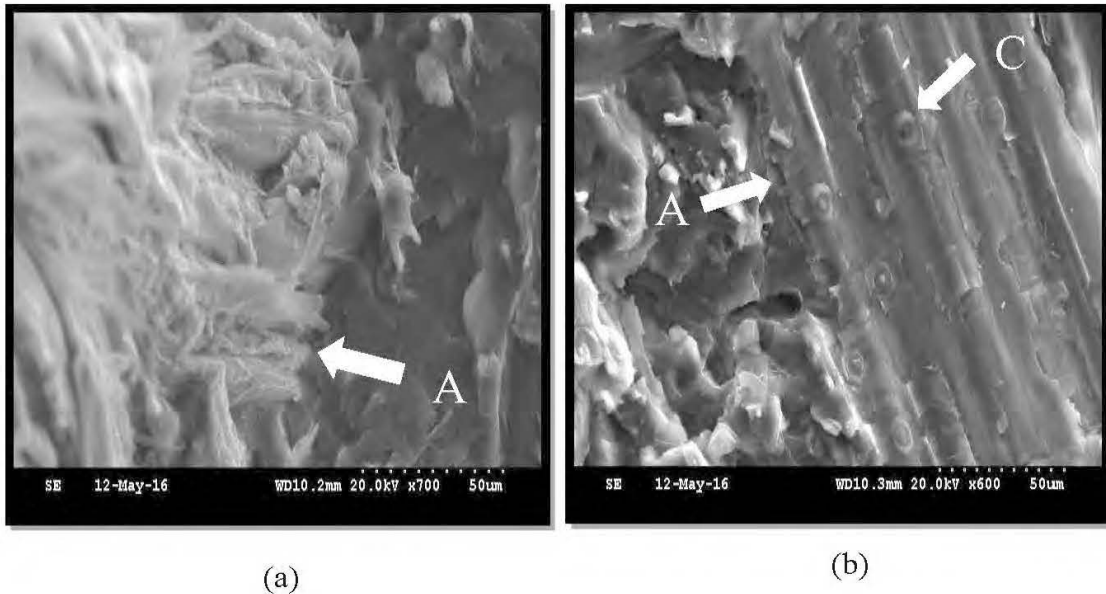


Figure 3.18: Image de microscopie électronique à balayage (MEB) du CBP (PEHD ; 40% Fibres ; 315°C

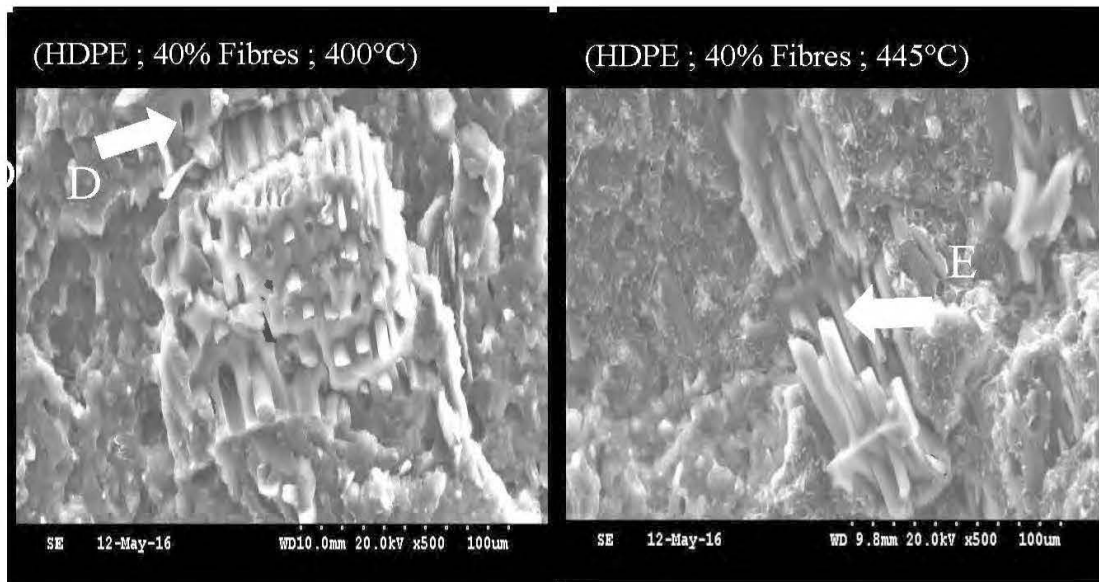


Figure 3.19: Image de microscopie électronique à balayage (MEB) des CBP

Par contre, les résultats de cette étude sont en désaccord avec les résultats de Ayilimis et al. (2015), le CBP produit avec du charbon a montré des améliorations au niveau de la distribution des fibres et les liaisons interfaciales entre la fibre et le polymère. En effet, la pénétration du polymère dans les pores du charbon permet d'augmenter la surface de contact entre la fibre et la matrice.

Les résultats du test de la densitométrie sur des CBP remplis de 50% de fibres ont montré que le profil de masse volumique des CBP à base de bois non traité a donné un écart-type très inférieur par rapport à celui du CBP à base de fibre torréfiée (tableau 3.3) ce qui traduit à une mauvaise dispersion avec les fibres torréfiées; par suite, la mauvaise dispersion des fibres est reflétée par des faibles propriétés mécaniques du CBP.

Tableau 3.3 : Masse volumique des CBP

| Types | Masse volumique (kg/m ³) | Écart-type (kg/m ³) |
|--------------------------------------|---|------------------------------------|
| PEHD + 50% fibres non traitées | 1155 | 22,3 |
| PEHD + 50% fibres torréfiées à 445°C | 1067 | 65,8 |
| PP + 50% fibres non traitées | 1091 | 26,1 |
| PP + 50% fibres torréfiées à 445°C | 1063 | 40,3 |

Le microscope au LASER peut nous donner une image mixte entre l'image optique et celle du LASER (figure 3.20). Dans cette figure, on peut observer le changement de couleur de la fibre après un traitement de 400°C, ainsi, que l'effet de la liquéfaction de la lignine (b).



Figure 3.20: Images de microscopie au LASER des fibres de bois non traitées (a) et traitées à 400°C (b)

3.4 La chimie de surface

Les résultats obtenus par spectroscopie infrarouge des CBP et les fibres traitées sont présentés dans les figures 3.21 à 3.25 dans un intervalle de nombre d'onde entre 4000 et 500 cm^{-1} . Les bandes de vibration infrarouge typiques sont résumées dans le tableau 3.4.

La figure 3.21 montre que le traitement thermique à 315°C a conservé le même spectre des fibres non traitées. Cependant, les fibres traitées à 440°C et 445°C ont des spectres très différents. Le pic observé vers 3358 cm^{-1} est associé au groupement hydroxyle OH. Ces groupes peuvent être liés à l'eau absorbée, aux alcools aliphatiques primaires et secondaires présents dans les glucides et la lignine, aux alcools primaires et secondaires aromatiques dans la lignine, aux extractibles et aux acides carboxyliques dans les extractibles (Bouafif et al., 2008). D'autre part, le pic à 2900 cm^{-1} indique la présence de la liaison C-H que l'on peut associer au groupement méthylène/méthyle. Toutefois, ces deux pics sont absents dans les spectres des fibres traitées à 400 et 445°C à cause de la dégradation des hémicelluloses. L'hygroscopicité est fortement corrélée avec les

groupements hydroxyles accessibles dans le bois (Tjeerdsma et Militz, 2005); la réduction de ces groupements peut expliquer la forte diminution de l'hygroscopicité.

La vibration de l'ester carbonyle apparaît à 1735 cm^{-1} , qui provient de l'étirement du groupement carbonyle $\text{C}=\text{O}$ des acétyles dans les hémicelluloses et de l'aldéhyde carboxylique dans la lignine et les extractibles (Bouafif et al., 2008). Ce pic est absent dans les fibres traitées à cause de la dégradation des hémicelluloses. Les pics observés autour de 1608 et 1510 cm^{-1} sont associés à la vibration aromatique de la liaison $\text{C}=\text{C}$ liée à la lignine (Bouafif et al., 2008). En effet, la forte augmentation de l'intensité du pic à 1584 cm^{-1} après le traitement à 400 et 445°C indique une augmentation de la teneur en lignine à la surface des fibres torréfiées.

Les pics trouvés entre 1000 et 1300 cm^{-1} proviennent de la présence des liaisons $\text{C}-\text{O}$, qui sont associées aux groupements alcool, éthers, esters, acide carboxylique ou anhydride (Pavia et al., 2008). On remarque aussi dans les spectres des fibres traitées à 400 et 445°C la disparition des pics 1059 et 1163 cm^{-1} de la liaison $\text{C}-\text{O}$ qui proviennent de l'étirement de la cellulose et de l'hémicellulose résultant de la dégradation de la cellulose et des hémicelluloses.

Le pic 1026 cm^{-1} qui est associé à l'étirement de la liaison $\text{C}-\text{O}$ dans les alcools primaires de la lignine dans la fibre de bois (Lv et al., 2015) reste toujours présent dans le bois torréfié, mais ce pic diminue d'intensité avec l'augmentation de la température de traitement. La vibration aromatique ($1693\text{-}1584\text{ cm}^{-1}$) et la déformation aromatique $\text{C}-\text{H}$ ($820\text{ - }745\text{ cm}^{-1}$) ont montré des intensités maximales à 400°C . Ce résultat indique l'aromatisation concomitante d'une portion de résidu lors de la dégradation de l'holocellulose et de la lignine. Une diminution de ces bandes à 445°C reflète la carbonisation par craquage et la reconstitution d'anneaux aromatiques, libérant une quantité significative de H_2 (Wang et al., 2009). Les figures 3.22 et 3.23 présentent respectivement l'influence de la teneur en fibres sur les bandes d'absorption des CBP avec une matrice de PP et PEHD, respectivement. On remarque que l'augmentation de

la teneur en fibre n'a pas changé beaucoup le spectre FTIR par rapport au polymère brut. Cependant, on observe une légère diminution dans l'intensité des pics associés au polymère brut et une apparition des pics 870, 820 et 745 cm^{-1} liés aux fibres traitées.

Tableau 3.4 : Récapitulations des bandes d'absorption FTIR et leurs liaisons

| Nombre d'onde (cm^{-1}) | Attribution | Références |
|------------------------------------|--|---|
| 3500-3200 | O-H (alcools et phénols) | (Pavia et al., 2008) |
| 2800-3000 | C-H méthyl et groupe méthylène | (Müller et al., 2003) |
| 1735 | C=O groupes acétyle dans les hémicelluloses et l'aldéhyde carboxylique dans la lignine | (Bouafif et al., 2008) |
| 1608-1510 | C=C (vibration aromatique liée à la lignine) | (Bouafif et al., 2008) |
| 1375 | C-H déformation dans la cellulose et hémicellulose | (Butylina et al., 2012) |
| 1000-1300 | C-O alcool, éthers, esters, acide carboxylique ou anhydride | (Pavia et al., 2008) |
| 1268/1270 | C-O (étirement dans la lignine, des unités de guaiacyl) | (Bouafif et al., 2008; Butylina et al., 2012) |
| 1163 | C-O-C vibration asymétrique dans la cellulose | (Butylina et al., 2012) |
| 1059 | C-O (étirement de la cellulose et l'hémicellulose) | (Butylina et al., 2012) |
| 820/745 | C-H déformation aromatique | (Wang et al., 2009) |

Les figures 3.24 et 3.25 représentent respectivement l'influence de l'augmentation de la température de traitement des fibres sur les bandes d'absorption. On remarque la disparition du pic 1059 cm^{-1} , qui correspond à la liaison C-O liée aux celluloses et hémicelluloses dans les CBP des fibres traitées à 400 et 445°C et l'augmentation du pic 1580 cm^{-1} associé aux liaisons C=C lié à la lignine.

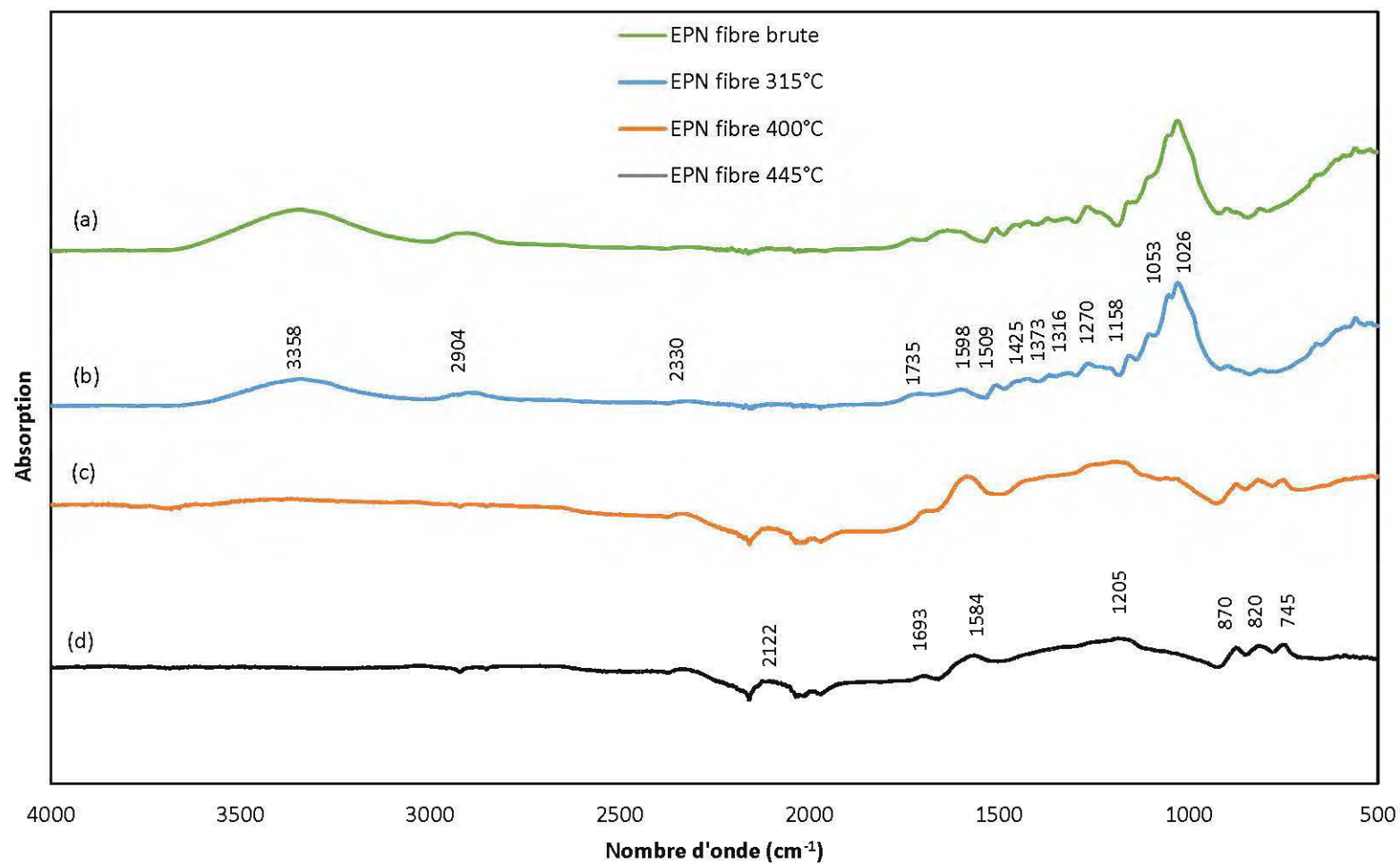


Figure 3.21: Spectre des fibres d'épinette noire (EPN) non traitées (a), torréfiées à 315°C (b), 400°C (c) et 445°C (d)

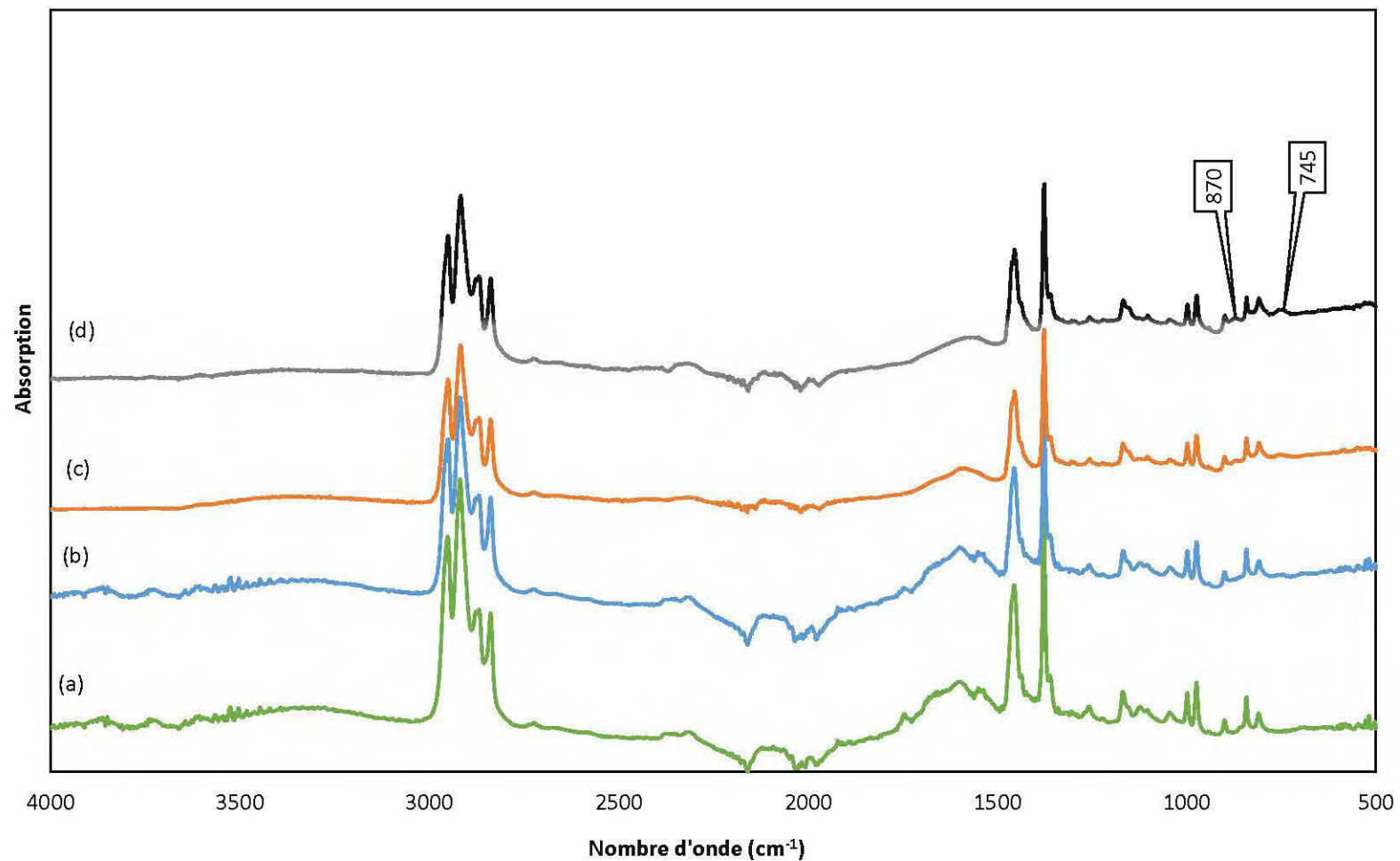


Figure 3.22: Spectres FTIR des CBP à base de PP remplis avec des fibres torréfiées à 445°C avec des proportions de 0% (a), 30% (b), 40% (c) et 50% (d)

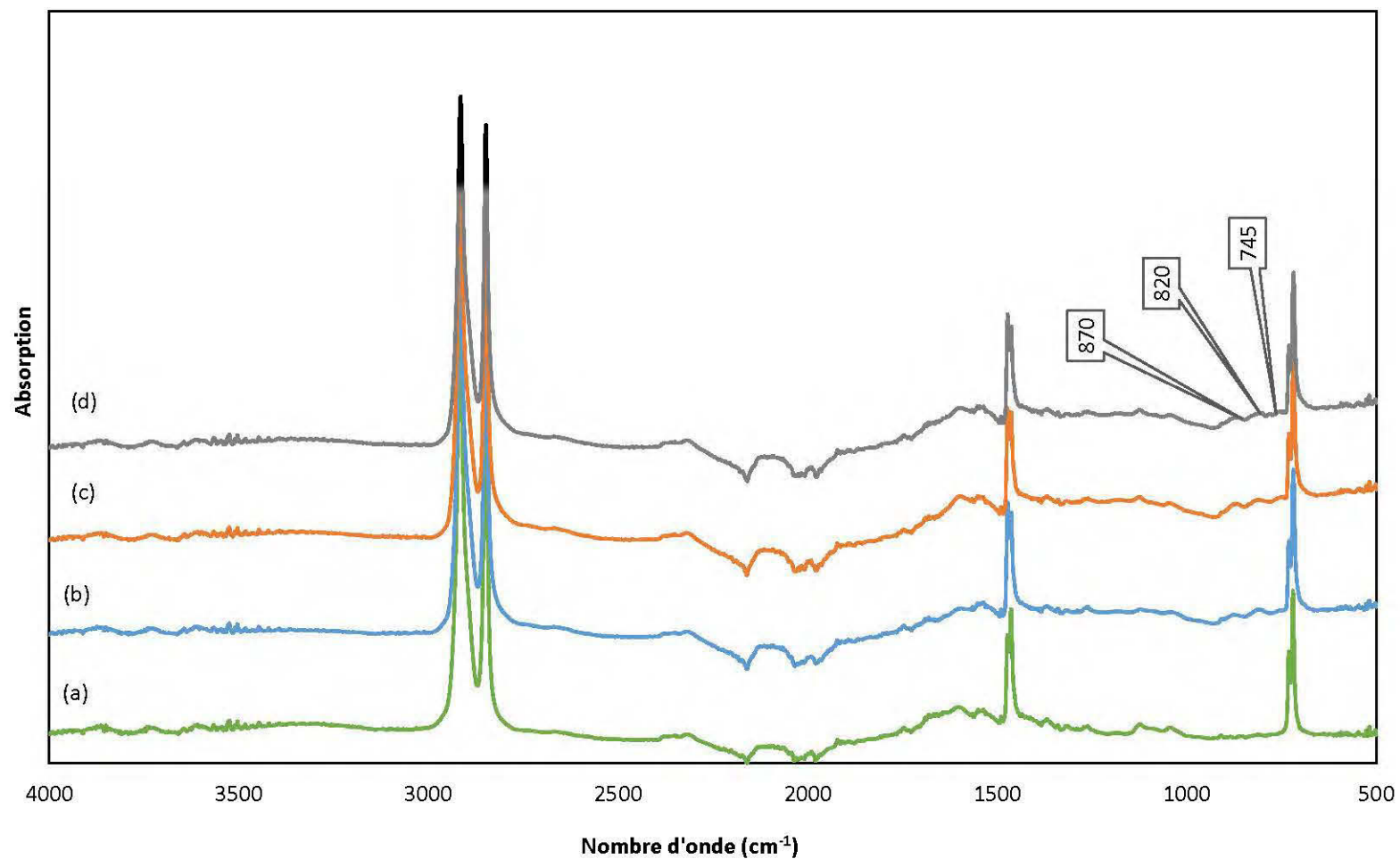


Figure 3.23: Spectres FTIR des CBP à base de PEHD remplis avec des fibres torréfiées à 445°C avec des proportions de 0% (a), 30% (b), 40% (c) et 50% (d)

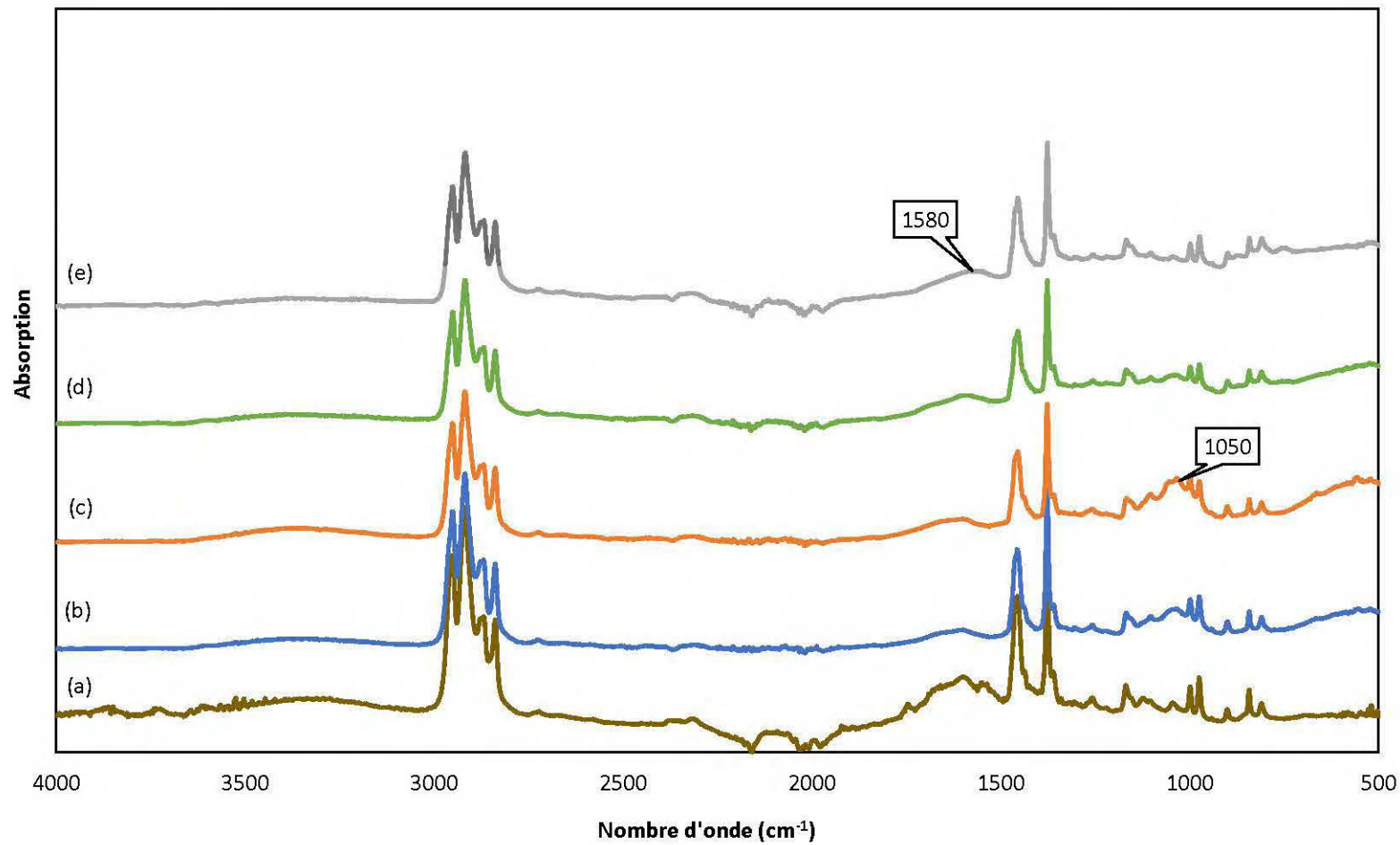


Figure 3.24: Spectres FTIR du PP brut (a) et du témoin (b), du CBP à base de PP remplis avec 50% de fibres torréfiées à 315°C (c), 400°C (d) et 445°C (e)

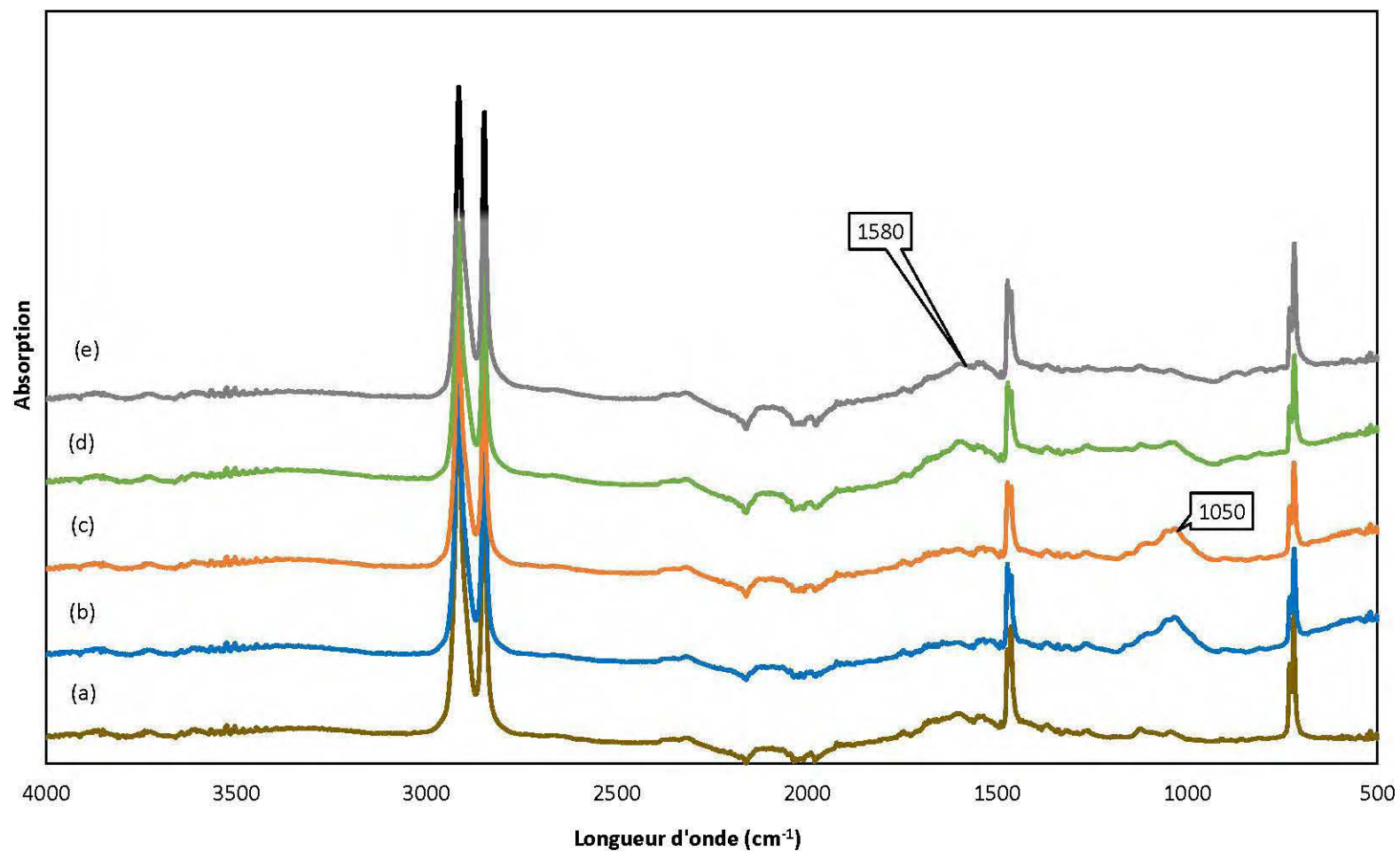


Figure 3.25: Spectres FTIR du PEHD brut (a) et du témoin (b), du CBP avec une matrice de PEHD remplis avec 50% de fibres torréfiées à 315°C (c), 400°C (d) et 445°C (e)

3.5 Propriétés thermiques

3.5.1 Calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

Les figures 3.26 et 3.27 illustrent les enthalpies de la cristallisation (ΔH_c) et de la fusion (ΔH_m) des CBP en fonction de la température de traitement. Les deux figures montrent que ΔH_c et ΔH_m diminuent avec l'ajout des fibres, du fait de la diminution de la teneur en polymère (Tufan et al., 2016a). On constate également que les traitements thermiques à 400°C et 445°C ont augmenté les deux enthalpies tandis que le traitement à 315°C a eu un effet inverse. Ces tendances sont plus remarquables dans les CBP avec une matrice de PP; malgré cette variation, ces changements sont faibles et n'ont pas d'influence sur le procédé de mise en forme des CBP.

L'annexe 6 présente les résultats de la calorimétrie différentielle à balayage (DSC). On remarque que ni l'ajout des fibres ni l'augmentation de la température de traitement des fibres n'ont changé ni les températures de fusion (T_m) et ni de cristallisation (T_c), soient $129 \pm 2^\circ\text{C}$ et $111 \pm 3^\circ\text{C}$, respectivement pour le PEHD et $165 \pm 2^\circ\text{C}$ et $119 \pm 3^\circ\text{C}$, respectivement pour le PP. La température du début de la cristallisation (T_{oc}) n'a pas été affectée non plus et elle est égale à $(114 \pm 2^\circ\text{C})$ pour le PEHD et $(123 \pm 3^\circ\text{C})$ pour le PP.

Les figures 3.28 et 3.29 montrent l'influence de la teneur en fibres et de la température du traitement sur le taux de cristallinité (X_c) des CBP avec les deux types de polymères. Les résultats montrent que, contrairement aux fibres traitées à 315°C, les fibres traitées à 400°C et à 445°C ont augmenté le taux de cristallinité; on remarque aussi que les CBP ont un taux de cristallinité inférieur au polymère brut pour les teneurs en fibre de 30 et 40%. En outre, le taux de cristallinité a augmenté par le traitement thermique, cette augmentation est due à la diminution des régions amorphes par la décomposition thermique des fibres de bois (Bhuiyan et al., 2000). Cependant, on trouve que les valeurs du taux de cristallinité du CBP à base de fibres torréfiées à 400°C et à 450°C sont très proches. Cela est peut-être lié à la dégradation totale des hémicelluloses à

400°C et par conséquent, il n'y aura pas trop de changement sur les composants du CBP entre 400 et 445°C.

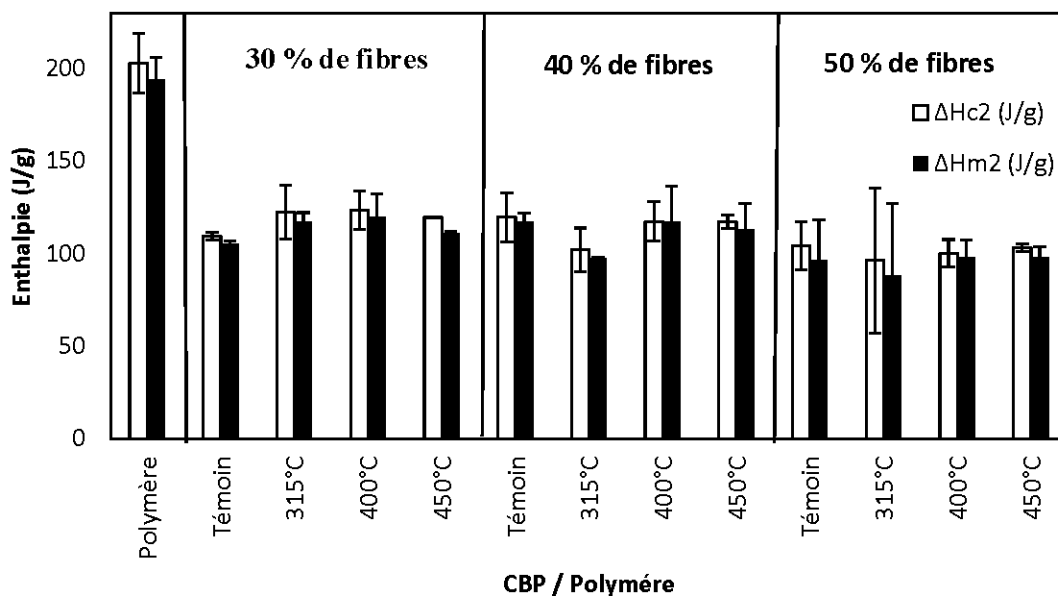


Figure 3.26: Les enthalpies de cristallisation (ΔH_c) et de fusion (ΔH_m) des CBP avec une matrice de PEHD en fonction de la température du traitement.

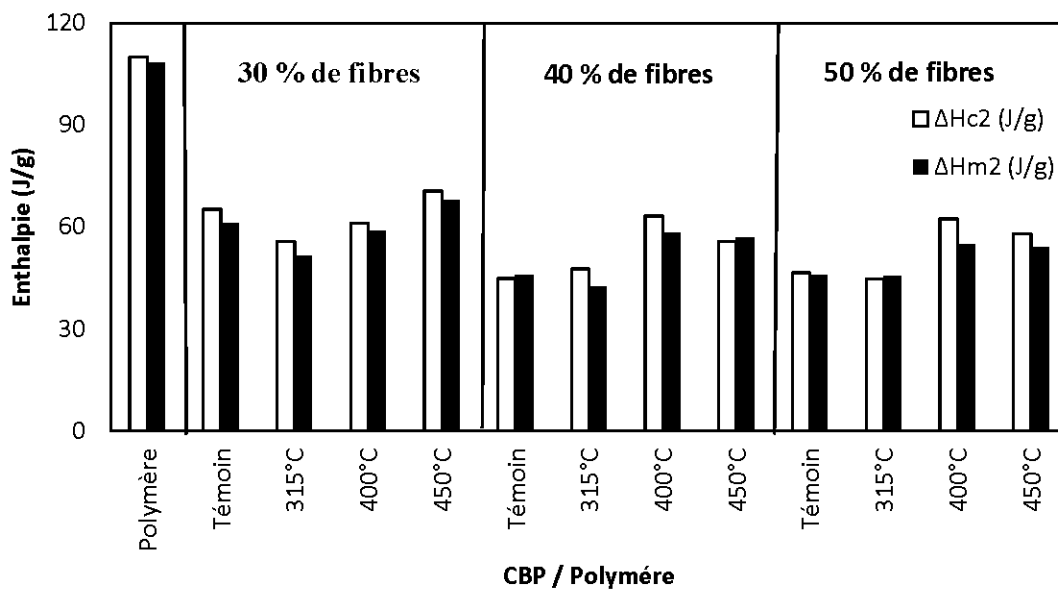


Figure 3.27: Les enthalpies de cristallisation (ΔH_c) et de fusion (ΔH_m) des CBP avec une matrice de PP en fonction de la température du traitement.

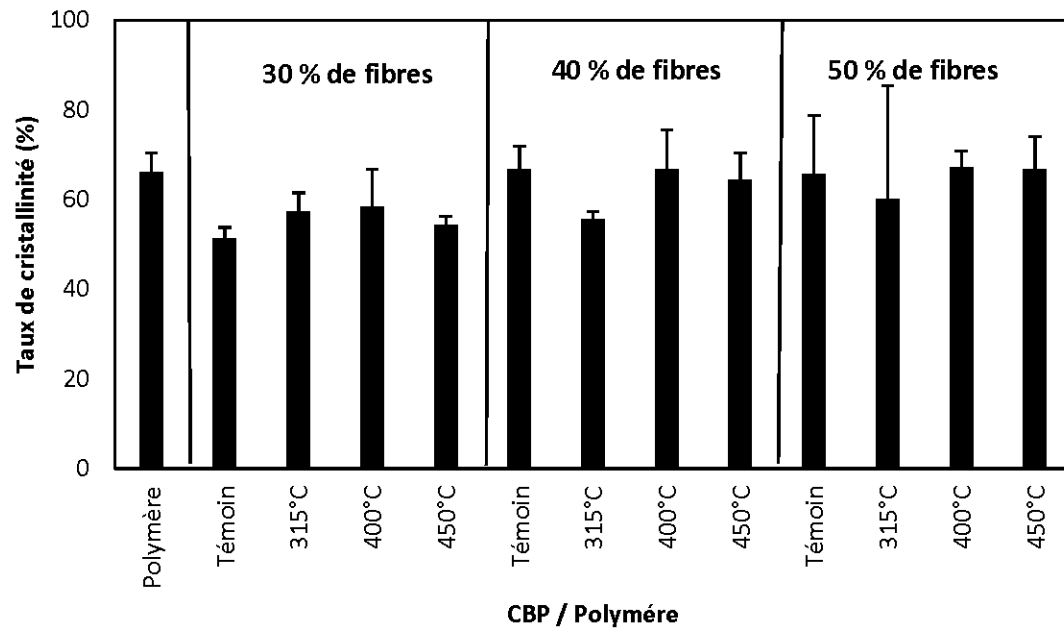


Figure 3.28: Taux de cristallinité (Xc) des CBP avec une matrice PEHD en fonction de la température du traitement.

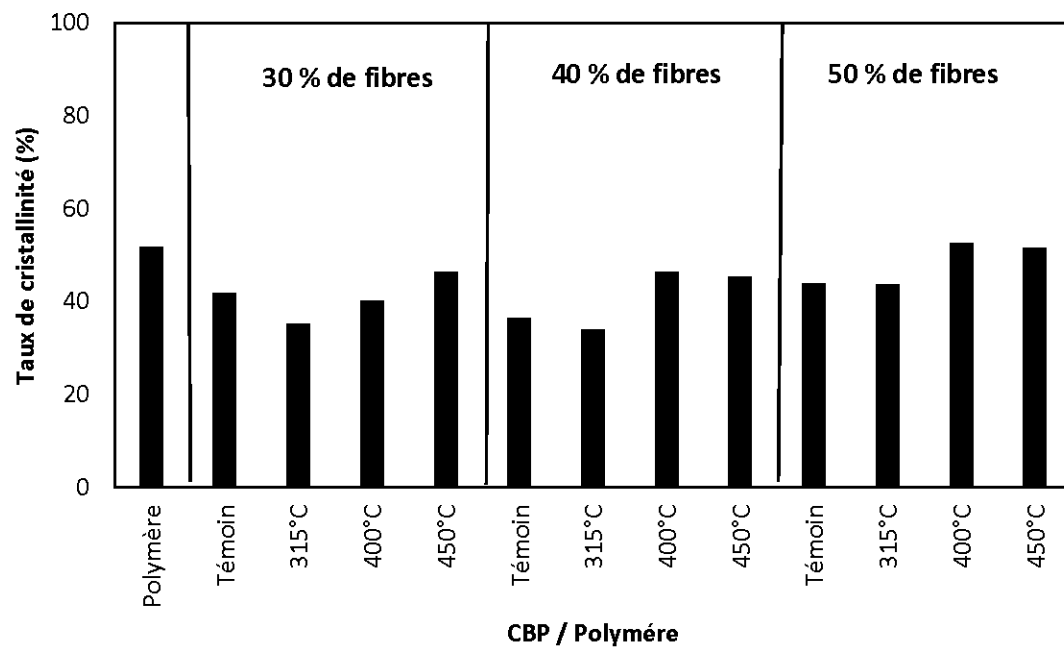


Figure 3.29: Taux de cristallinité (Xc) des CBP avec une matrice de PP en fonction de la température du traitement.

3.5.2 Analyse thermogravimétrique (TGA)

Les figures 3.30 et 3.31 donnent des exemples des résultats d'essais thermogravimétriques pour les CBP avec une matrice de PEHD et PP, respectivement. On observe deux régions de perte de la masse. La première se situe entre $\sim 250^{\circ}\text{C}$ et $\sim 400^{\circ}\text{C}$, et la deuxième entre $\sim 400^{\circ}\text{C}$ et $\sim 500^{\circ}\text{C}$. La perte de la masse dans la première région des CBP avec les fibres traitées à 400 et 445°C est faible, mais dans la deuxième région elle est plus forte. Ceci est lié à la dégradation d'une grande partie de la cellulose et l'hémicellulose dans le traitement de torréfaction. Car ces dernières ont une température de début de dégradation inférieur à 400°C (Almeida et al., 2010).

La figure 3.32 montre que PEHD a un seul pic de dégradation autour de 450°C . On peut donc dire que la région de perte de masse autour de 450°C est due à la dégradation du polymère. On constate aussi que la présence de bois dans le CBP a décalé ces pics vers une température plus haute et aussi a diminué leurs intensités, ce qui montre que les CBP ont une vitesse de dégradation inférieure que celle du polymère, il en résulte une augmentation de leur stabilité thermique (Nachtigall et al., 2007). Cependant, l'augmentation de la teneur en fibres et de la température de traitement n'a pas changé ni la position des pics et ni la vitesse de dégradation des CBP.

Le poids résiduel dans les CBP est plus élevé que dans le polymère brut (Figures 3.30 à 3.33). Cet effet a été accentué par l'augmentation de la température de traitements des fibres (Figures 3.30 et 3.31). Ce résultat est dû aux traitements de torréfaction qui ont déjà dégradé certaines composantes des fibres comme l'hémicellulose et la cellulose. La figure 3.33 illustre l'effet de l'augmentation de la teneur en fibres traitées sur la stabilité thermique des CBP. On constate que le poids résiduel est différent d'un composite à un autre. Ceci est dû à la matière minérale dans le bois. La quantité de matière résiduelle augmente avec la proportion de fibres et avec la température de traitement, car les fibres traitées contiennent une grande proportion de matières qui n'ont pas été dégradées avec la torréfaction.

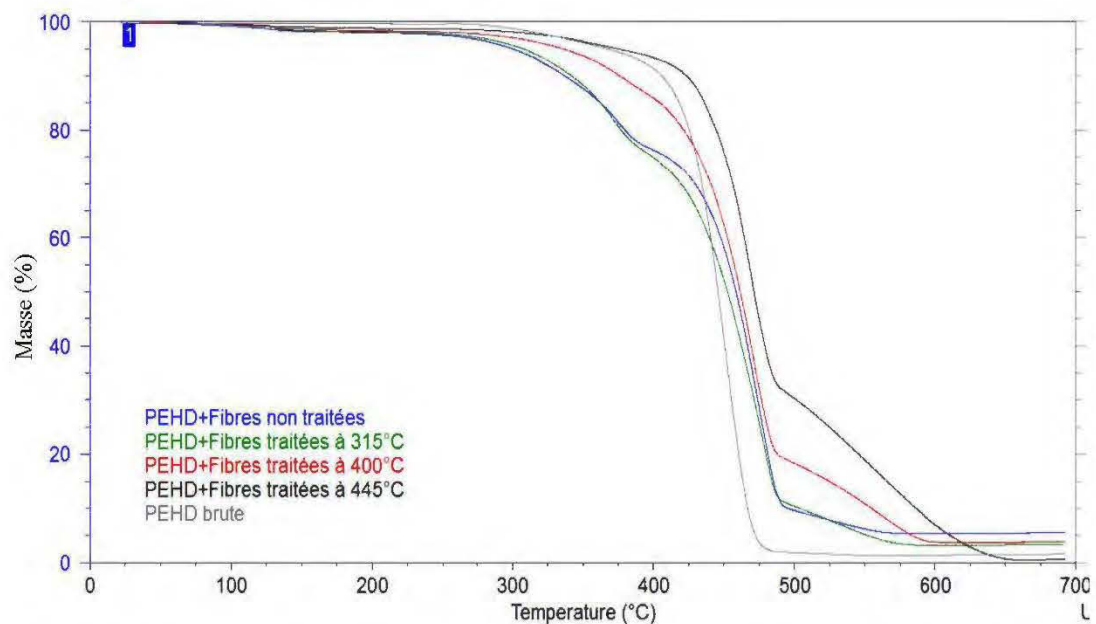


Figure 3.30: Résultats de l'essai thermogravimétrique sur les CBP avec une matrice de PEHD de 30% de teneur en fibres traitées à différentes températures

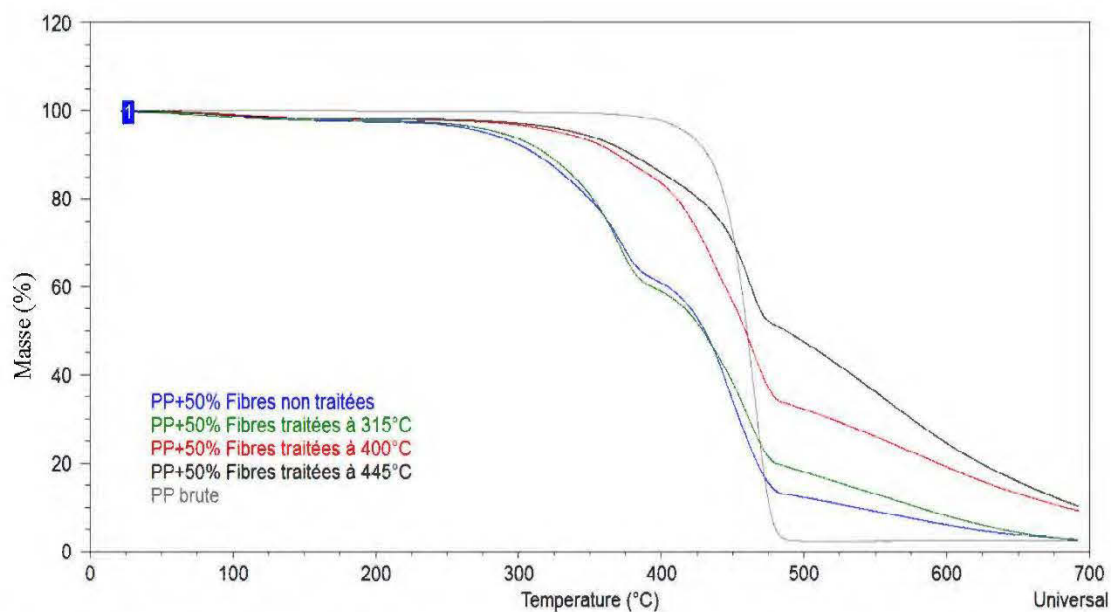


Figure 3.31: Résultats de l'essai thermogravimétrique sur les CBP fabriqués avec le PP de 50% de teneur en fibres traitées à différentes températures

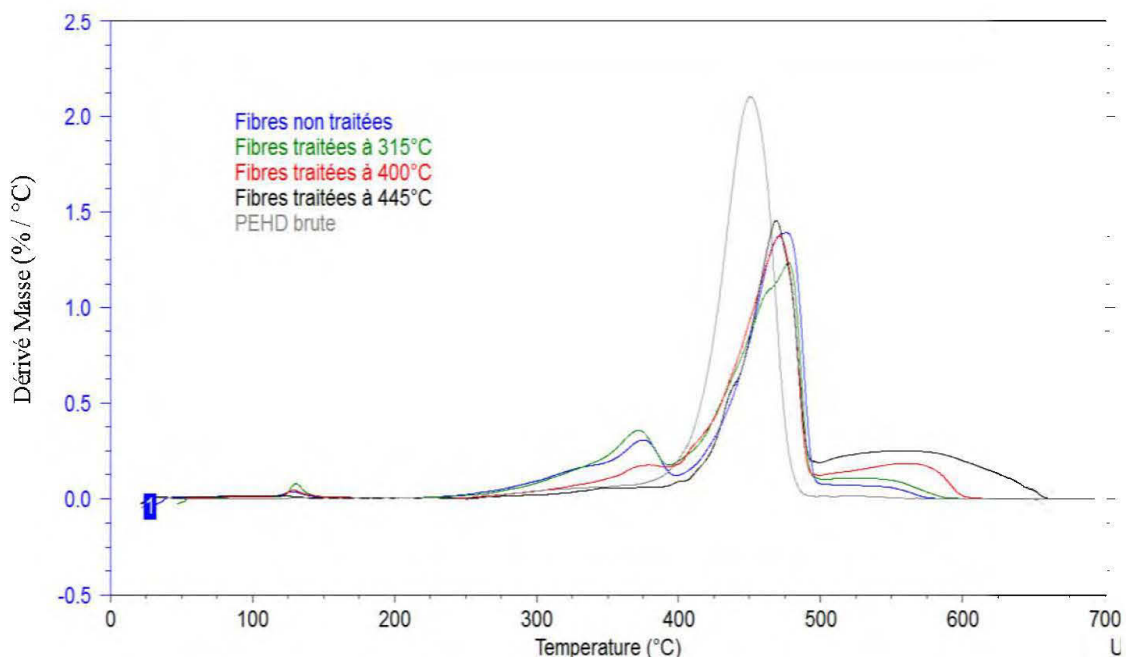


Figure 3.32: La dérivée des résultats de l'essai thermogravimétrique sur les CBP avec une matrice de PEHD et différents taux de fibres traitées à différentes températures

La figure 3.34 montre que la température de début de la dégradation a augmenté significativement avec l'augmentation de la température de traitement. En effet, on observe une différence de température qui peut atteindre plus de 140°C, comme dans le cas des témoins et les CBP à base de fibres traitées à 445°C. Cependant, la variation de la teneur en fibres n'a pas eu une influence remarquable sur la température de début de dégradation. En effet, la température de début de dégradation est liée à celle de la fibre de bois et non à la quantité des fibres utilisées. Finalement, les CBP à base de bois torréfié nous permettent d'utiliser des températures plus élevées dans les procédés de mise en forme sans risquer de dégrader le matériau.

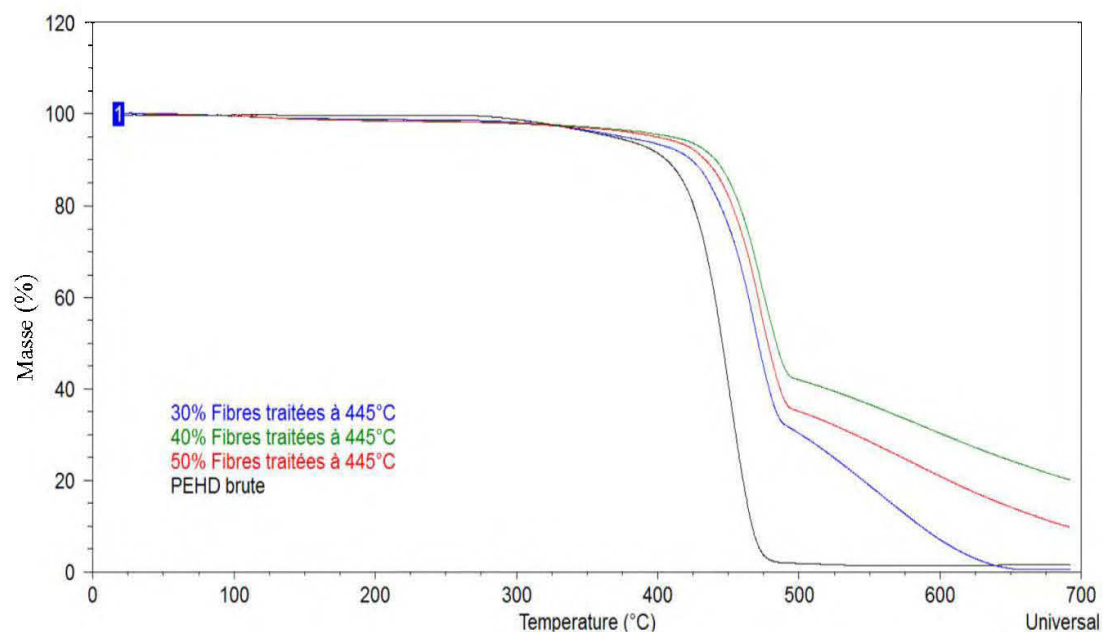


Figure 3.33: Effet de la proportion des fibres sur la stabilité thermique des CBP.

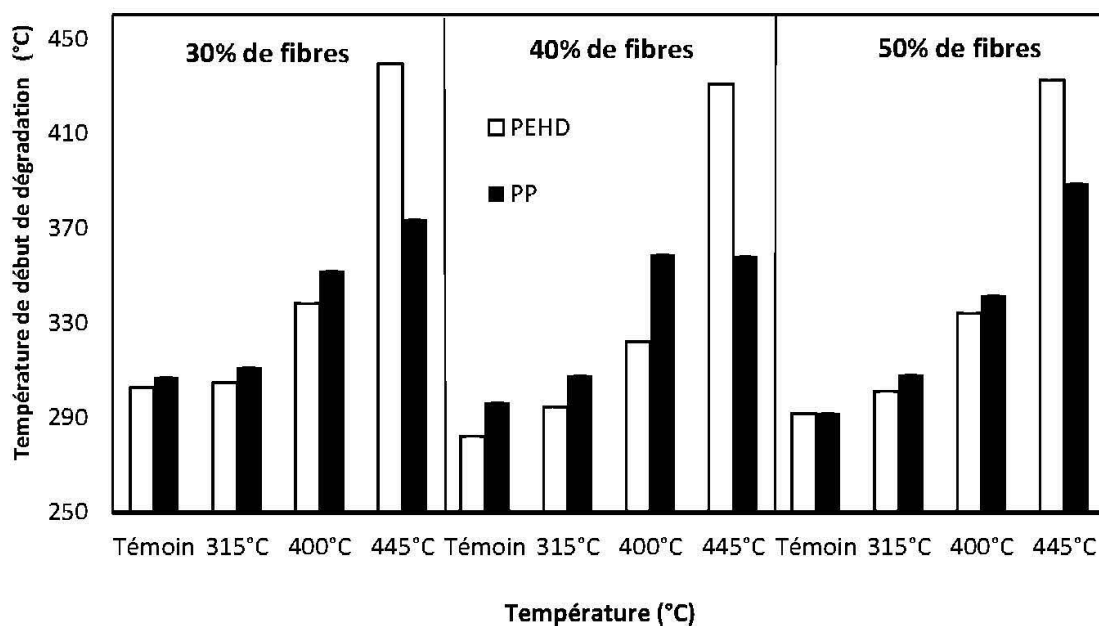


Figure 3.34: Température de début de dégradation des CBP en fonction de la température du traitement.

3.6 Propriétés rhéologiques

3.6.1 Rhéomètre à torque

Les résultats obtenus montrent que le taux de fibres, le type de polymère et la température de traitement influencent le couple maximal, du couple à la stabilisation et de l'énergie mécanique. La figure 3.35 illustre la variation du couple en fonction du temps pour les CBP chargée de fibres torréfiées à 400°C. On remarque que les CBP avec une matrice de PP ont atteint leur couple maximal et de stabilisation après les CBP avec une matrice de PEHD. En effet, contrairement au CBP avec une matrice de PEHD, on remarque que même après 10 min, le couple est resté un peu perturbé avec les CBP d'une matrice de PP et il n'a jamais eu une valeur constante. Ces perturbations peuvent former des microfissures dans la matrice lors de la mise en forme des CBP.

La figure 3.36 représente l'influence de l'augmentation du taux de fibre torréfié à 400°C sur le couple maximal et le couple de stabilisation. Pour les CBP à base de PP et celle à base de PEHD, le couple maximal est d'autant plus grand que le taux de fibres contenu dans mélange est important. Cette augmentation est due à l'augmentation de la viscosité par l'ajout des fibres de bois (Lewandowski et al. 2016). Migneault et al. (2008) ont affirmé que l'ajout de la fibre non traitée dans le CBP avec une matrice de PEHD tend à accroître le couple maximal et celui à la stabilisation à cause de l'augmentation des contacts entre la matrice et le renfort. Cela est en accord avec les CBP d'une matrice de PEHD remplis avec des fibres torréfiées à 400°C. Cependant, on observe une diminution du couple à la stabilisation avec l'ajout de fibres torréfiées à 400°C pour les CBP avec une matrice de PP (Figure 3.36), ce qui peut être lié à la perturbation observée avec le PP (Figure 3.35). L'incorporation des fibres augmente considérablement l'énergie mécanique (Figure 3.37). L'incorporation du bois double l'énergie mécanique, à l'exception de CBP de 40% de fibres, qui a montré des valeurs inférieures par rapport aux autres proportions. Les figures 3.38, 3.39 et 3.40 illustrent, l'influence de l'augmentation de la température de traitement des fibres sur le couple maximal, le couple de stabilisation et l'énergie mécanique, respectivement.

On remarque que le traitement à 315°C a augmenté légèrement le couple maximal en comparaison avec le témoin pour les CBP d'une matrice de PEHD. Dans le cas du traitement à 400 et 445°C, on observe une augmentation plus importante; et par conséquent, le mécanisme des machines de mise en forme de ces CBP doit résister à des couples plus importants. Le couple à la stabilisation est plus grand avec les CBP d'une matrice de PEHD qu'avec les CBP d'une matrice de PP. Les deux types de CBP ont réagi de façon similaire, avec une diminution avec les fibres traitées à 315°C, et une diminution légère avec celle traitée à 400°C. Cependant, à 445°C le couple augmente avec le PP tandis qu'il diminue avec le PEHD.

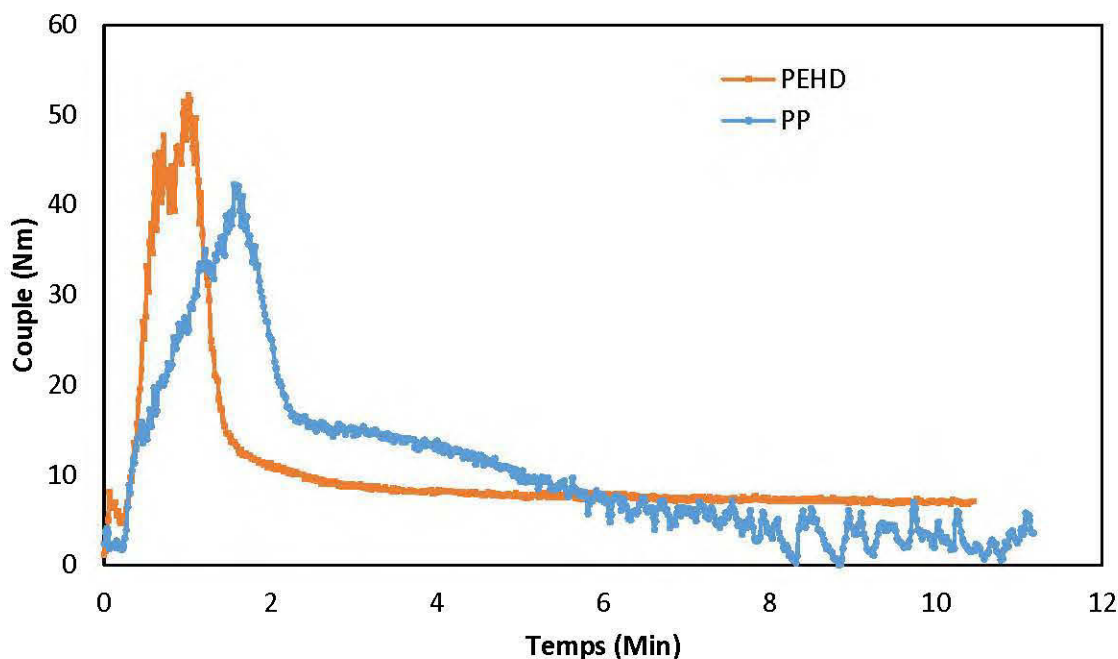


Figure 3.35: Effet du type de polymère sur les courbes du rhéomètre à couple pour des CBP remplis de 40% de fibres torréfiées à 400°C.

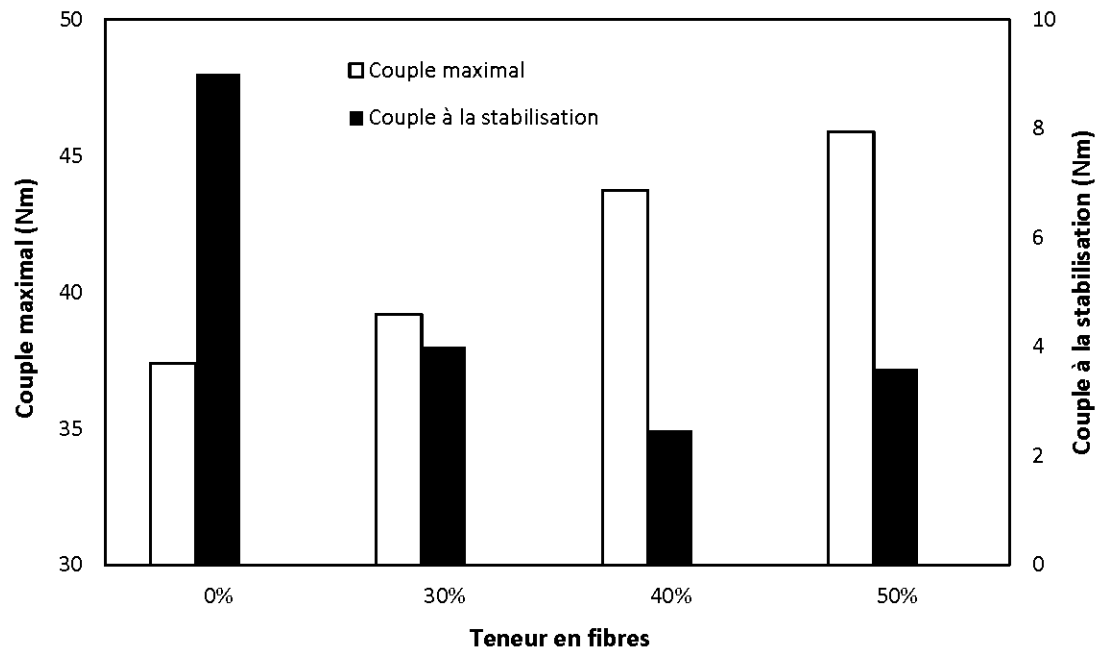


Figure 3.36: Effet du taux de fibres torréfiées à 400°C sur le couple maximal pour des CBP avec une matrice de PP.

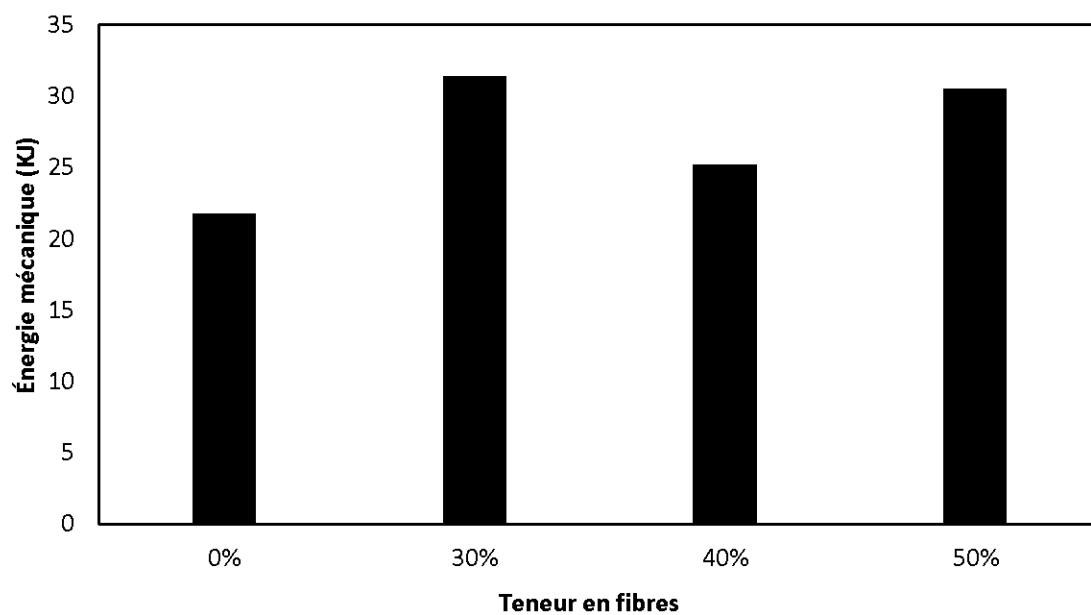


Figure 3.37: Effet du taux de fibres sur l'énergie mécanique pour des CBP avec une matrice de PP.

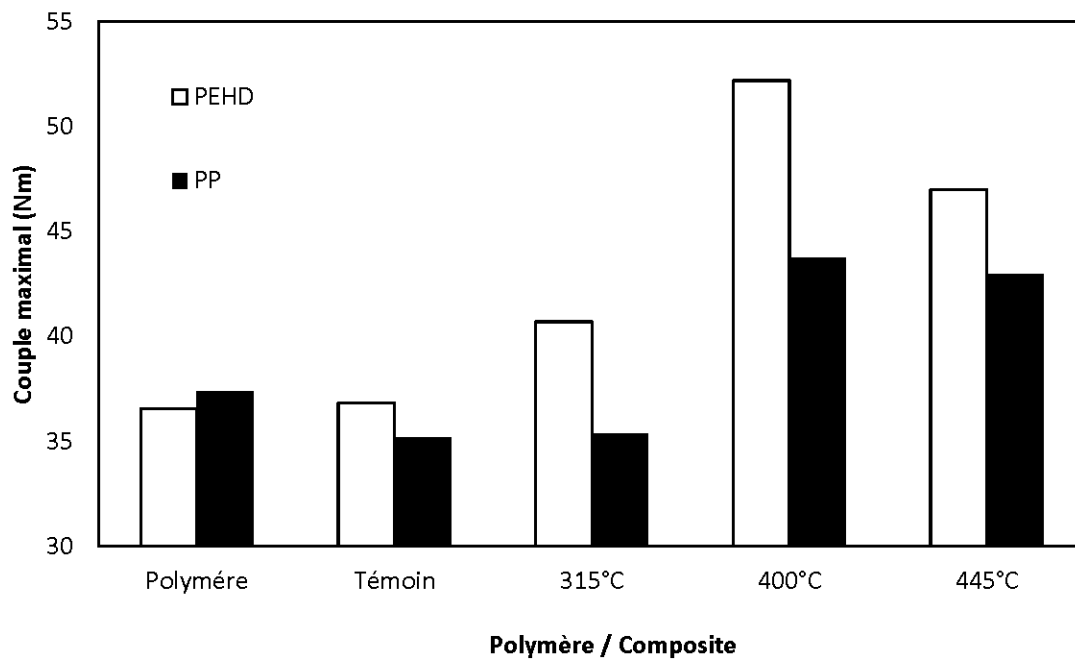


Figure 3.38: Effet de la température de traitement des fibres sur le couple maximal pour des CBP de 40% de fibres.

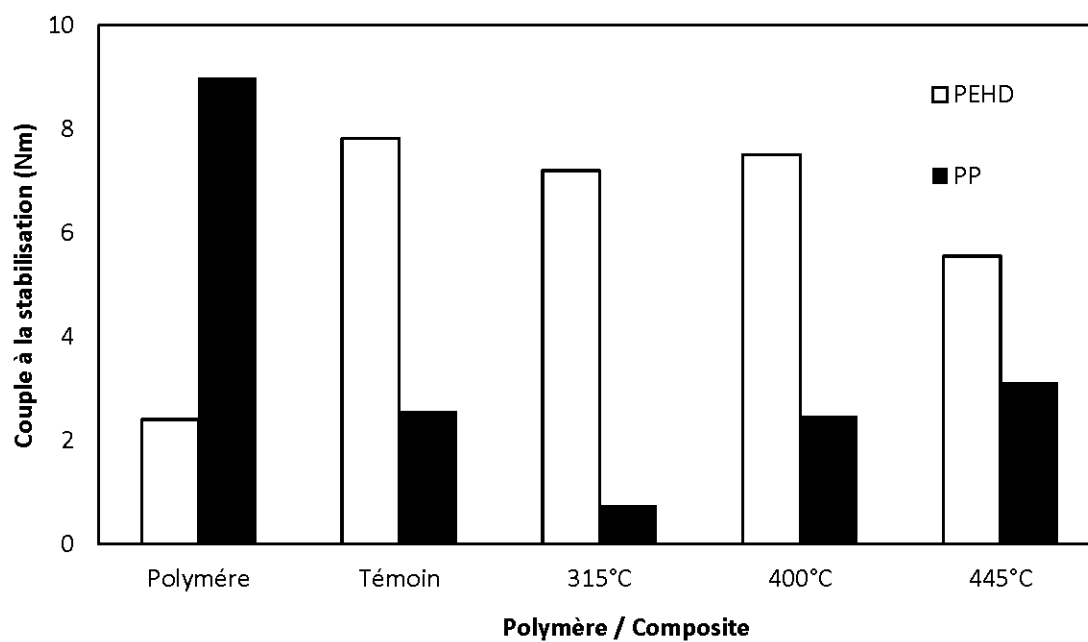


Figure 3.39: Effet de la température de traitement des fibres sur le couple de stabilisation pour des CBP de 40% de fibres.

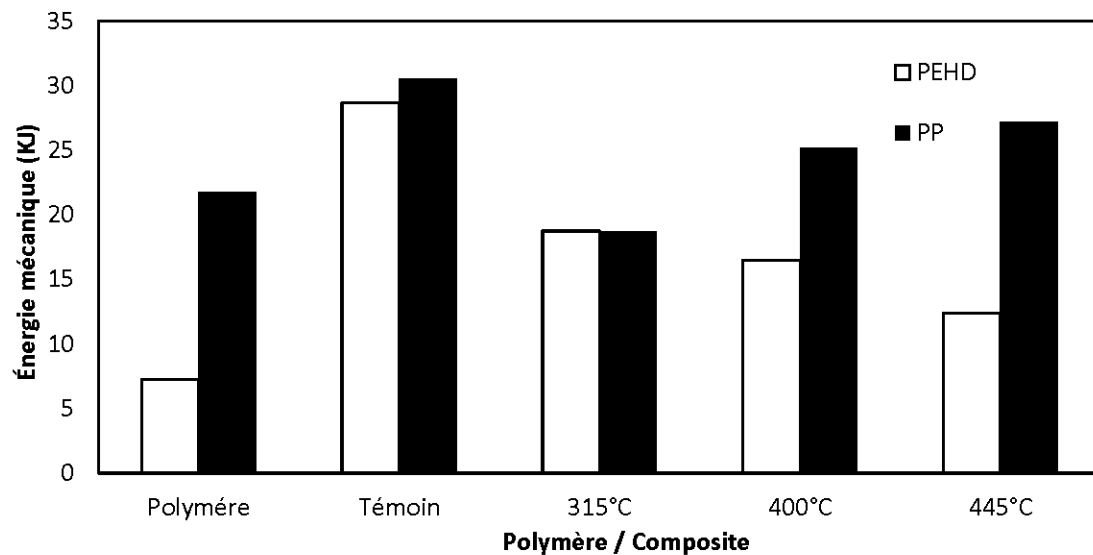


Figure 3.40: Effet de la température de traitement des fibres sur l'énergie mécanique.

Le traitement thermique a diminué significativement l'énergie mécanique. On remarque que l'augmentation de la température du traitement a une influence différente avec les deux polymères. Le traitement à 315°C a le même effet dans les deux types de polymère. Au-dessus de 315°C, et avec le PEHD, l'énergie mécanique diminue avec l'augmentation de la température de traitement. L'effet inverse est observé avec le PP.

À la lumière de ces résultats, on peut conclure que la fibre torréfiée facilite la mise en forme des CBP. Ainsi, cela nous permet d'injecter des CBP à haute teneur en fibres.

3.6.2 Rhéomètre rotatif

3.6.2.1 Spectre mécanique

La figure 3.41 présente un exemple de l'évolution du module de stockage (G') et du module de pertes (G'') avec la fréquence d'oscillation, pour différents taux de charge en fibres, températures de traitement et type de polymère. L'augmentation du taux de fibres et de la fréquence entraînent une augmentation de G' et G'' (Figure 3.41). Cette augmentation est plus observable avec les fibres torréfiées (Figure 3.41b), mais leurs

valeurs sont toujours inférieures à celles des témoins (Figure 3.41a). Par contre, ce changement n'est pas très significatif à cause de la nature impure de la fibre torréfiée et la faible adhésion entre la fibre et la matrice (Poulose et al., 2018). On remarque aussi que l'augmentation de la température de torréfaction de fibres diminue significativement le module de stockage et le module de pertes (Figure 3.42).

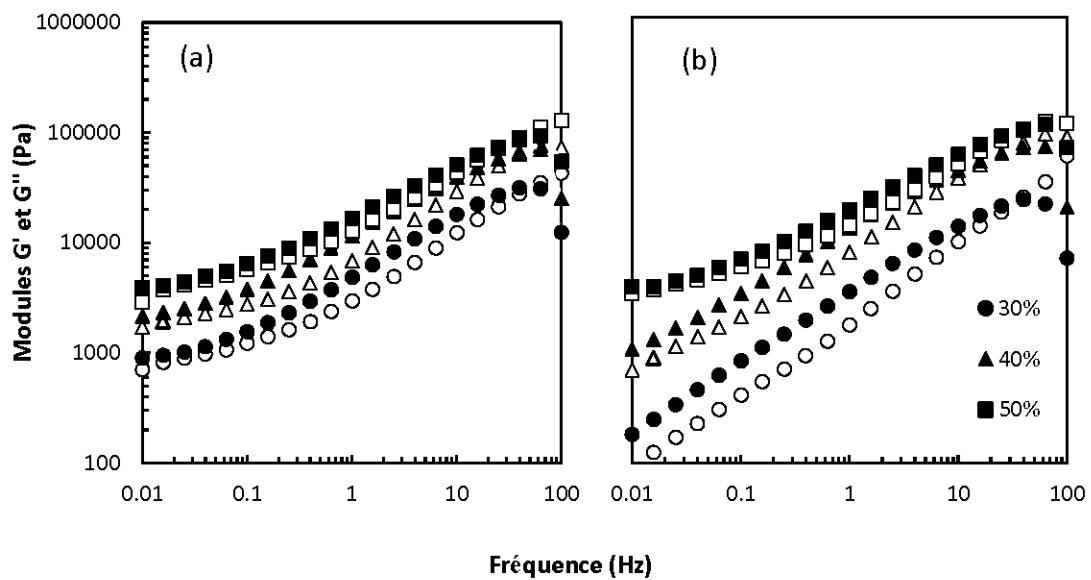


Figure 3.41: Effet de la proportion des fibres non traitées (a) et des fibres torréfiées à 400°C (b) sur les modules de stockage (G' ○) et de perte (G'' ●) des CBP à base de PP

La fréquence où les deux modules G' et G'' sont égaux diminue avec l'augmentation de la température de torréfaction des fibres. G' et G'' ont la même valeur vers 1,9 Hz pour le témoin, vers 0,5 Hz pour une torréfaction de 315°C, 0,15 Hz pour 400°C et <0,01 Hz pour 445°C (Figure 3.42). Selon Godard et al. (2008), la diminution du point de convergence indique un comportement plus liquide dans les CBP à base de fibres torréfiées (Godard et al., 2008). Quand G'' devienne plus grande que G' , ceci indique la transition du comportement d'un solide élastique à un comportement d'un liquide. On observe aussi un comportement différent des deux modules avec le type de polymère. La figure 3.43a montre que dans les témoins, le PEHD a des modules G' et

G'' plus grands que le PP; cependant, l'incorporation des fibres torréfiées a inversé cette relation (Figure 3.43b).

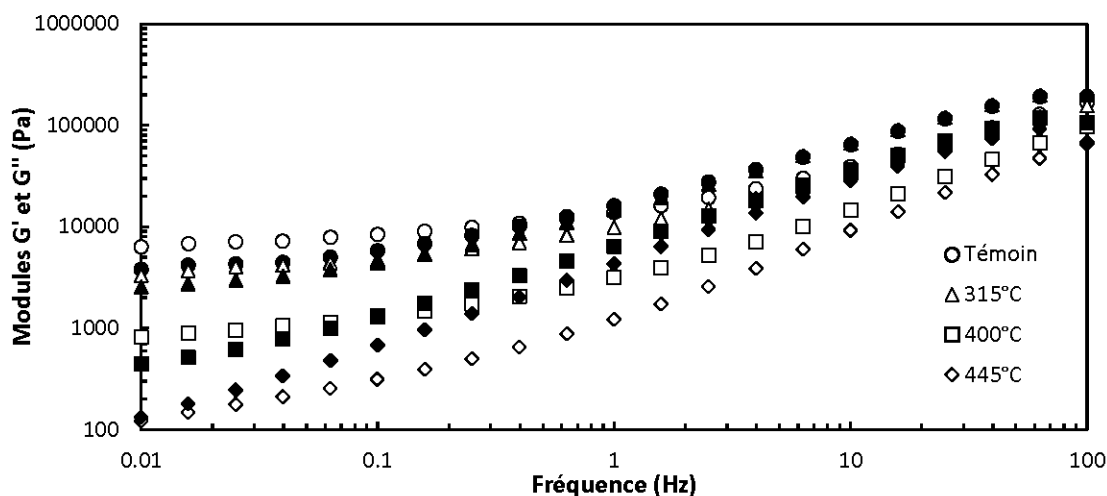


Figure 3.42: Effet de la température de torréfaction sur les modules de stockage (G' ○) et de perte et (G'' ●) des CBP à base de PEHD et de 40% de fibres

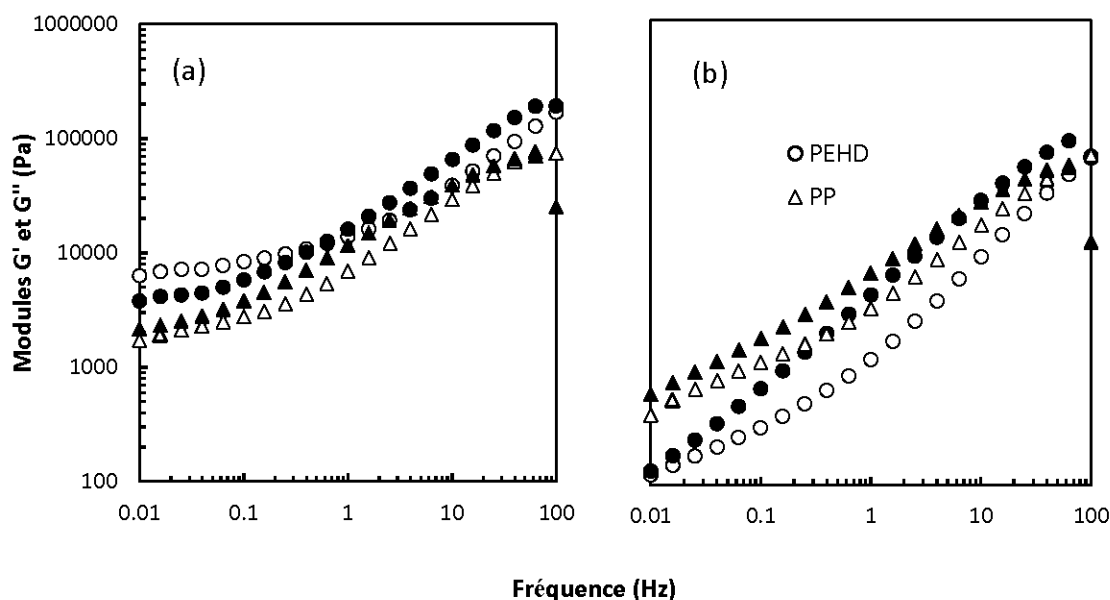


Figure 3.43: Effet du polymère sur les modules de stockage G' (○) et de perte G'' (●) dans des CBP à base de fibres non traitées (a) et torréfiées à 400°C (b)

3.6.2.2 Viscosité complexe

L'augmentation de la fréquence ou de la température de torréfaction a provoqué une diminution de la viscosité complexe; ainsi, l'augmentation du taux en fibres torréfiées a entraîné une augmentation de la viscosité complexe (Figures 3.44 et 3.45). Aussi, l'incorporation des fibres torréfiées a inversé le comportement de la viscosité complexe avec les deux polymères (Figure 3.46); de ce fait, les CBP avec une matrice de PEHD sont moins visqueux que ceux avec une matrice de PP s'ils sont renforcés avec des fibres torréfiées. L'augmentation de la viscosité à l'état fondu de CBP pourrait être attribuée à la fibre de bois qui empêche l'écoulement de la masse fondue en raison de sa forme irrégulière (Zhang et al., 2007).

L'indice de fluidité diminue avec l'augmentation des proportions des fibres de bois alors qu'il croît si on augmente la température du traitement; donc pour injecter des CBP à haute teneur en fibres, il est préférable d'augmenter la température de torréfaction. Aussi, on peut augmenter l'indice de fluidité si on réduit la dimension des fibres (Soucy, 2015).

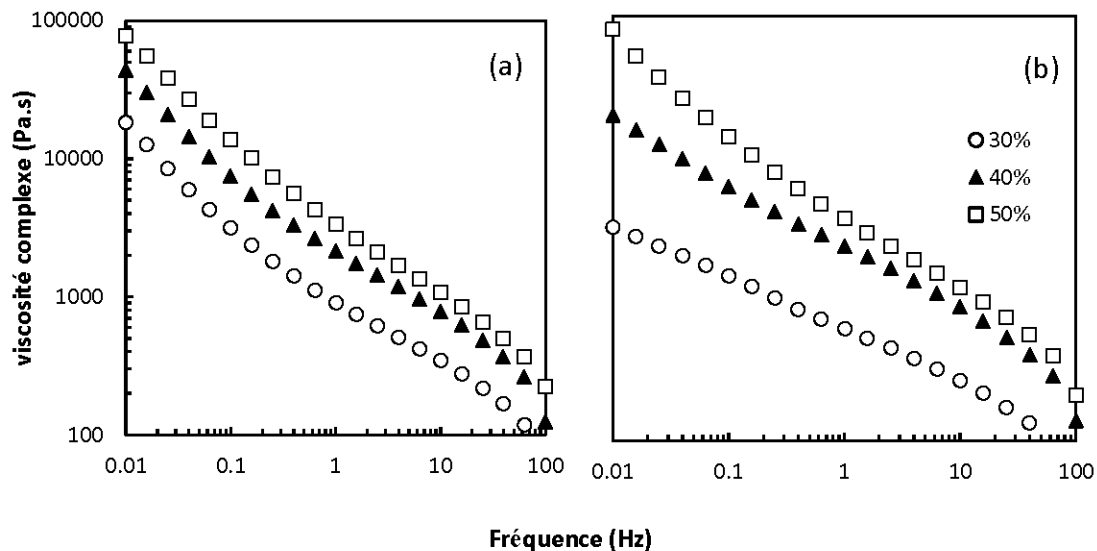


Figure 3.44: Variation de la viscosité complexe des CBP à base de PP en fonction de la proportion et le type des fibres : a) non traitées et b) torréfiées à 400°C.

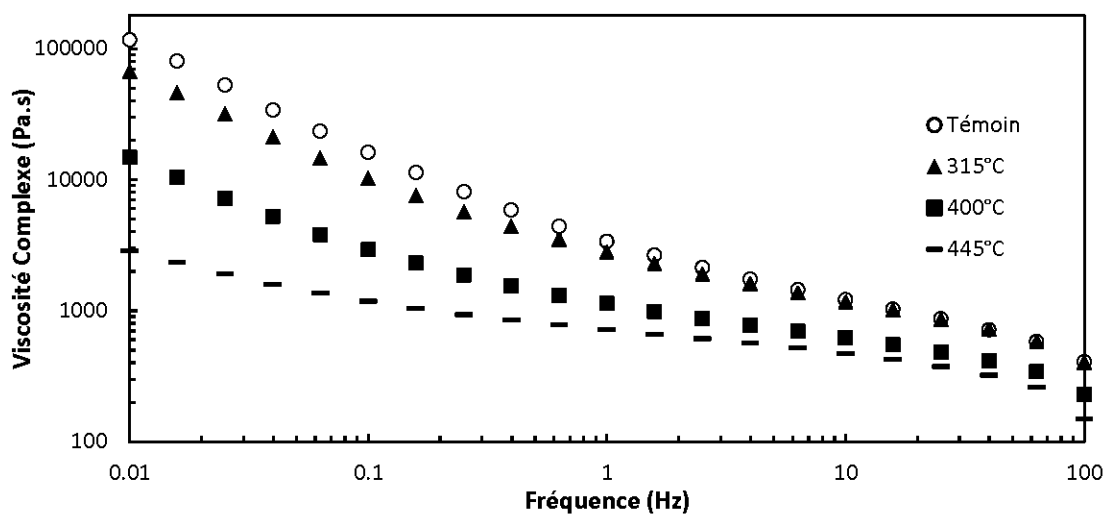


Figure 3.45: Variation de la viscosité complexe des CBP à base de PEHD et 40% de fibres en fonction de la température de torréfaction.

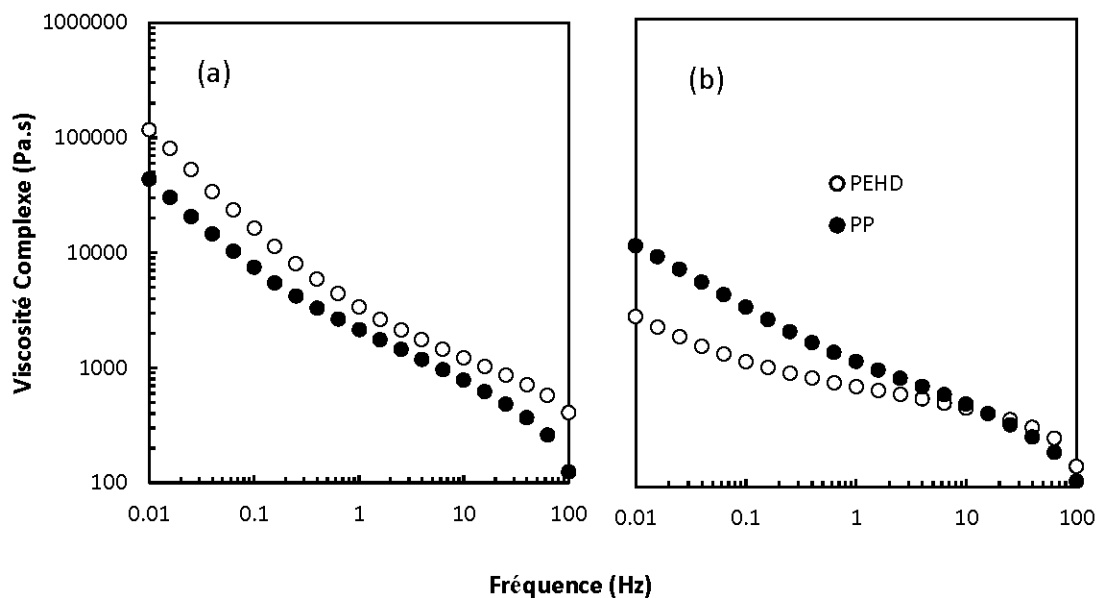


Figure 3.46: Effet du type du polymère sur la viscosité complexe dans des CBP renforcés de 40% de fibres non traitées (a) et torréfiées à 400°C (b).

CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS

4.1. Conclusions

Ce projet a évalué le potentiel des fibres torréfiées riches en carbone issu de l'épinette noire pour la fabrication de CBP. Ces CBP ont été préparés à partir des fibres torréfiées à trois températures (315°C, 400°C et 445°C), et de deux polymères soient le PP et le PEHD. Les proportions de fibres utilisées pour les formulations sont de 0%, 30%, 40% et 50% en poids.

Toutes les températures de traitement thermique ont entraîné une diminution des propriétés mécaniques des CBP; plus la température de torréfaction est élevée, plus est importante la diminution des propriétés mécaniques des CBP. L'analyse de DSC a montré que la diminution des propriétés mécaniques n'est pas liée au changement du taux de cristallinité. Les importantes baisses des propriétés mécaniques observées pour les CBP produits à partir de fibres traitées à 400°C et 445°C s'expliquent par la modification de la structure de la paroi cellulaire des fibres de bois; ces fibres de bois torréfiées deviennent très fragiles et leur adhésion à la matrice est affaiblie. Aussi, l'augmentation de la proportion de fibre torréfiée à 445°C dans les CBP n'a pas apporté de modification importante sur les propriétés mécaniques.

Le traitement de torréfaction a entraîné une amélioration de la stabilité dimensionnelle des CBP; par contre, une température plus élevée n'est pas associée à une amélioration plus importante de la stabilité dimensionnelle. L'absorption d'eau et la stabilité dimensionnelle des CBP dépendent largement de la proportion de fibre; cependant, l'augmentation de la proportion de fibre torréfiée à 445°C dans les CBP n'a pas apporté des modifications importantes. Les analyses FTIR ont montré que le traitement thermique des fibres a engendré une réduction de la teneur en hémicelluloses et des groupes hydroxyle, ce qui peut expliquer l'amélioration de la stabilité dimensionnelle. La densité de CBP augmente avec l'ajout des fibres, mais elle diminue avec les

traitements de 400°C et 445°C. L'étude de la relation entre l'angle de contact et l'absorption d'eau nous a permis de démontrer qu'à proportion égale de fibres de bois les CBP fabriqués avec des fibres torréfiées absorbent significativement moins d'eau et ont un angle de contact plus élevé que les CBP fabriqué par des fibres non traitées.

Les observations au microscope électronique à balayage (MEB) ont montré que la rupture dans les CBP à base de fibres traitées se fait à la fois dans les fibres et dans l'interface fibre-polymère. Les changements à la chimie de surface de la fibre par le traitement de torréfaction, essentiellement la réduction des groupements hydroxyles, rendent impossible leur adhésion aux fibres avec les agents de couplage couramment utilisés dans l'industrie des CBP. Le profil de la densité des CBP avec les fibres torréfiées a montré la présence des plusieurs zones où la densité est augmentée ou/et diminuée brusquement, ce qui pourrait être liée à une mauvaise dispersion des fibres.

Les analyses de DSC et de TGA ont montré que les propriétés thermiques des CBP ont été influencées par le traitement thermique des fibres; en effet, ce traitement a engendré une réduction de la teneur en hémicelluloses dans la fibre de bois. Cependant, le traitement thermique du bois n'a eu aucun effet sur les températures de fusion et de cristallisation des CBP. En plus, les traitements de 400 et 450°C rendent les CBP plus stables thermiquement. Aussi, les CBP produits avec du bois traité thermiquement ont une température de décomposition initiale plus élevée que les CBP chargés de bois non traité. Cela nous permet d'utiliser des températures plus élevées dans les procédés de mise en forme sans risquer de dégrader le matériau.

L'étude des propriétés rhéologiques à l'aide du rhéomètre à torque et du rhéomètre rotatif nous a permis d'examiner les effets de traitement des fibres sur le procédé de mise en forme des CBP. Les résultats démontrent que la torréfaction des fibres a diminué l'énergie mécanique des CBP à l'état fondu. L'augmentation de la température de la torréfaction a diminué l'énergie de mécanique des CBP à avec une matrice de PEHD. L'effet inverse est observé pour les CBP avec une matrice de PP. Le module de

stockage, le module de pertes et la viscosité complexe sont des fonctions croissantes de la teneur en fibre et décroissantes avec la température du traitement. Ces résultats montrent que la fibre torréfiée nous permette d'injecter des CBP à haute teneur en fibres.

La comparaison de cette étude avec les études antérieures nous a permis de conclure que le charbon a amélioré les propriétés mécaniques et physiques à cause de l'augmentations de l'adhésion entre la fibre et la matrice polymère. Cependant, les CBP avec du bois torréfié ont montré des valeurs de gonflement en épaisseur et de gain massique plus faibles par rapport aux CBP avec du charbon. Ainsi, les CBP avec du bois traité à des températures de 500°C et de 900°C ont montré des résultats très similaire avec les CBP avec le bois torréfié à 445°C.

4.2. Perspectives et recommandations

Cette présente étude peut servir comme tremplin pour des études futures. En effet, l'hydrophobicité des fibres torréfiées a un potentiel pour les applications où aucun changement dimensionnel n'est toléré comme les portes, les fenêtres et la tuyauterie. La résistance thermique des fibres torréfiées est un atout pour la fabrication du CBP, nous pouvons utiliser des températures plus élevées sans risque de dégradation thermique des fibres. La mise en forme des CBP avec des fibres torréfiées est plus facile qu'avec des fibres non traitées, ce qui nous permettrait d'injecter des CBP à haute teneur en fibres.

Le défi le plus important est de trouver des agents de couplage appropriés pour renforcer l'adhérence entre les fibres torréfiées et les polymères afin d'améliorer les propriétés mécaniques du CBP. De plus, le traitement par torréfaction rend les fibres fragiles, mais plus hydrophobes. Un autre défi est donc de trouver un équilibre entre la performance mécanique et la stabilité dimensionnelle.

RÉFÉRENCES

- Adhikary, K. B., Pang, S. et Staiger, M. P. (2008). Dimensional stability and mechanical behaviour of wood–plastic composites based on recycled and virgin high-density polyethylene (HDPE). *Composites Part B: Engineering*, 39 (5), 807-815.
- Agassant, J.-F., Avenas, P., Sergent, J.-P., Vergnes, B. et Vincent, M. (1996). *La mise en forme des matières plastiques* (4e éd.): Approche thermomécanique de la plasturgie. Technique & Documentation-Lavoisier, ISBN 2-7430-0016-3. 844 pp.
- Almeida, G., Brito, J. et Perré, P. (2010). Alterations in energy properties of eucalyptus wood and bark subjected to torrefaction: the potential of mass loss as a synthetic indicator. *Bioresource technology*, 101 (24), 9778-9784.
- Alvarez, V. A., Ruscekaite, R. A. et Vazquez, A. (2003). Mechanical properties and water absorption behavior of composites made from a biodegradable matrix and alkaline-treated sisal fibers. *Journal of composite materials*, 37 (17), 1575-1588.
- Arias, B., Pevida, C., Feroso, J., Plaza, M. G., Rubiera, F. et Pis, J. (2008). Influence of torrefaction on the grindability and reactivity of woody biomass. *Fuel Processing Technology*, 89 (2), 169-175.
- Ayrilmis, N. et Winandy, J. E. (2009). Effects of post heat-treatment on surface characteristics and adhesive bonding performance of medium density fiberboard. *Materials and Manufacturing Processes*, 24 (5), 594-599.
- Ayrilmis, N., Benthien, J. T. et Thoemen, H. (2012). Effects of formulation variables on surface properties of wood plastic composites. *Composites Part B: Engineering*, 43 (2), 325-331.
- Ayrilmis, N., Jarusombuti, S., Fueangvivat, V. et Bauchongkol, P. (2011). Effect of thermal-treatment of wood fibres on properties of flat-pressed wood plastic composites. *Polymer Degradation and Stability*, 96 (5), 818-822.
- Ayrilmis, N., Kwon, J. H., Han, T. H. et Durmus, A. (2015). Effect of wood-derived charcoal content on properties of wood plastic composites. *Materials Research*, 18 (3), 654-659.

- Bailon, J.-P., Dorlot, J.-M. et Palissy. (2000). *Des matériaux* (3e éd.). Montréal: Presses internationales Polytechnique. 736 pp.
- Bengtsson, M. et Oksman, K. (2006). Silane crosslinked wood plastic composites: Processing and properties. *Composites Science and Technology*, 66 (13), 2177-2186.
- Bergman, P. C., Boersma, A., Zwart, R. et Kiel, J. (2005). Torrefaction for biomass co-firing in existing coal-fired power stations. *Energy Centre of Netherlands, Report No. ECN-C-05-013*.
- Bhuiyan, M. T. R., Hirai, N. et Sobue, N. (2000). Changes of crystallinity in wood cellulose by heat treatment under dried and moist conditions. *Journal of Wood Science*, 46 (6), 431-436.
- Bhuiyan, T. R. et Hirai, N. (2005). Study of crystalline behavior of heat-treated wood cellulose during treatments in water. *Journal of Wood Science*, 51 (1), 42-47.
- Bibbo, M. A., Dinh, S. M. et Armstrong, R. C. (1985). Shear flow properties of semiconcentrated fiber suspensions. *Journal of Rheology*, 29 (6), 905-929.
- Bledzki, A. K. et Gassan, J. (1999). Composites reinforced with cellulose based fibres. *Progress in Polymer Science*, 24 (2), 221-274.
- Bodirlau, R., Teaca, C. A. et Spiridon, I. (2008). Chemical modification of beech wood: Effect on thermal stability. *BioResources*, 3 (3), 789-800.
- Bouafif, H., Koubaa, A., Perré, P. et Cloutier, A. (2009). Effects of fiber characteristics on the physical and mechanical properties of wood plastic composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 40 (12), 1975-1981.
- Bouafif, H., Koubaa, A., Perre, P., Cloutier, A. et Riedl, B. (2008). Analysis of among-species variability in wood fiber surface using DRIFTS and XPS: Effects on esterification efficiency. *Journal of wood chemistry and technology*, 28 (4), 296-315.
- Butylina, S., Hyvärinen, M. et Kärki, T. (2012). A study of surface changes of wood-polypropylene composites as the result of exterior weathering. *Polymer Degradation and Stability*, 97 (3), 337-345.
- Candan, Z., Büyüksarı, U., Korkut, S., Unsal, O. et Çakıcıer, N. (2012). Wettability and surface roughness of thermally modified plywood panels. *Industrial Crops and Products*, 36 (1), 434-436.

- Carlborn, K. et Matuana, L. M. (2006). Functionalization of wood particles through a reactive extrusion process. *Journal of applied polymer science*, 101 (5), 3131-3142.
- Caulfield, D. F., Clemons, C., Jacobson, R. E. et Rowell, R. M. (2005). 13 Wood Thermoplastic Composites. *Handbook of Wood Chemistry and Wood Composites*, Boca Raton, Fla. : CRC Press, 2005. 365 pp.
- Chaharmahali, M., Mirbagheri, J., Tajvidi, M., Najafi, S. K. et Mirbagheri, Y. (2010). Mechanical and physical properties of wood-plastic composite panels. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 29 (2), 310-319.
- Chaharmahali, M., Tajvidi, M. et Najafi, S. K. (2008). Mechanical properties of wood plastic composite panels made from waste fiberboard and particleboard. *Polymer Composites*, 29 (6), 606-610.
- Chinniah, Y., Jocelyn, S., Aucourt, B. et Bourbonnière, R. (2014). *Presses à injection de plastique ayant des équipements périphériques - Sécurité lors des interventions de maintenance ou de production*. l'Institut de recherche Robert-Sauvé en santé et en sécurité du travail (IRSST). 123 pp.
- Clemons, C. (2002). Wood-plastic composites in the United States: The interfacing of two industries. *Forest Products Journal*, 52 (6), 10.
- Couhert, C., Salvador, S. et Commandre, J.-M. (2009). Impact of torrefaction on syngas production from wood. *Fuel*, 88 (11), 2286-2290.
- Crawford, R. J. et Kearns, M. P. (2003). *Practical guide to rotational moulding*. Rapra Technology Limited, Queen's University, Belfast 174 P. Disponible en ligne : <http://2active.ru/files/book/Practical%20Guide%20to%20Rotational%20Moulding%20Roy%20J.%20Crawford%20and%20Mark%20P.%20Kearns%202003.pdf>
- Das, O., Sarmah, A. K. et Bhattacharyya, D. (2016). Nanoindentation assisted analysis of biochar added biocomposites. *Composites Part B: Engineering*, 91, 219-227.
- David, B. D., Gloria, S. O. et Patrick, Q. (2015). Investigation of hardwood biochar as a replacement for wood flour in wood-polypropylene composites. *Journal of Elastomers & Plastics*, 48 (6), 510-522.
- De Souza Lima, M. M. et Borsali, R. (2004). Rodlike cellulose microcrystals: structure, properties, and applications. *Macromolecular Rapid Communications*, 25 (7), 771-787.

- Dealy, J. M. et Wissbrun, K. F. (2012). *Melt rheology and its role in plastics processing: theory and applications*: Springer Science & Business Media, Dordrecht. 671 pp.
- Deng, J., Wang, G.-j., Kuang, J.-h., Zhang, Y.-l. et Luo, Y.-h. (2009). Pretreatment of agricultural residues for co-gasification via torrefaction. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 86 (2), 331-337.
- El-Haggag, S. M. et Kamel, M. A. (2011). Wood plastic composites. *Advances in composite materials—analysis of natural and man-made materials*. InTech, Chapters published, ISBN978-953. Pavla Těšínova, 584 pp.
- Emandi, A., Ileana Vasiliu, C., Budrugaec, P. et Stamatin, I. (2011). Quantitative investigation of wood composition by integrated FT-IR and thermogravimetric methods. *Cellulose Chemistry and Technology*, 45 (9), 579.
- Esteves, B. et Pereira, H. (2008). Wood modification by heat treatment: A review. *BioResources*, 4 (1), 370-404.
- Fang, H., Zhang, Y., Deng, J. et Rodrigue, D. (2013). Effect of fiber treatment on the water absorption and mechanical properties of hemp fiber/polyethylene composites. *Journal of applied polymer science*, 127 (2), 942-949.
- Felix, J. M., Gatenholm, P. et Schreiber, H. (1993). Controlled interactions in cellulose-polymer composites. 1: Effect on mechanical properties. *Polymer Composites*, 14 (6), 449-457.
- Follrich, J., Müller, U. et Gindl, W. (2006). Effects of thermal modification on the adhesion between spruce wood (*Picea abies* Karst.) and a thermoplastic polymer. *Holz als Roh-und Werkstoff*, 64 (5), 373-376.
- Frederick, T. et Norman, W. (2004). *Natural fibers plastics and composites*. Springer Science and Business Media Dordrecht. Springer US. 371 pp.
- Galetz, M., Blaß, T., Ruckdäschel, H., Sandler, J., Altstädt, V. et Glatzel, U. (2007). Carbon nanofibre-reinforced ultrahigh molecular weight polyethylene for tribological applications. *Journal of Applied Polymer Science*, 104 (6), 4173-4181.
- Garcia, R. A., Cloutier, A. et Riedl, B. (2006). Dimensional stability of MDF panels produced from heat-treated fibres. *Holzforschung*, 60 (3), 278-284.

- George, S. P., Ahmad, A. et Rao, M. B. (2001). A novel thermostable xylanase from *Thermomonospora* sp.: influence of additives on thermostability. *Bioresource Technology*, 78 (3), 221-224.
- Gindl, M., Sinn, G., Gindl, W., Reiterer, A. et Tschegg, S. (2001). A comparison of different methods to calculate the surface free energy of wood using contact angle measurements. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 181 (1), 279-287.
- Godard, F., Vincent, M., Agassant, J.-F. et Vergnes, B. (2008). Étude du comportement rhéologique et des propriétés mécaniques de composites sciures de bois-polyéthylène haute densité. *Rhéologie*, 13, 9-21.
- Grand view research. (2016). Wood Plastic Composite (WPC) Market By Type (Polyethylene, Polyvinylchloride, Polypropylene, Others), By Application (Building & Construction Products, Automotive Components, Industrial & Consumer Goods, Others), By Region (North America, Europe, Asia-Pacific, Latin America, Europe, Asia-Pacific, Latin America, Middle East and Africa) -Global Trends & Segment Forecast to 2024. <http://www.grandviewresearch.com/press-release/global-wood-plastic-composite-market>. Page consultée le 27 octobre 2017.
- Hakkou, M., Pétrissans, M., Gérardin, P. et Zoulalian, A. (2006). Investigations of the reasons for fungal durability of heat-treated beech wood. *Polymer degradation and stability*, 91 (2), 393-397.
- He, S., Zhou, L. et He, H. (2015). Preparation and properties of wood plastic composites based on tea residue. *Polymer Composites*, 36 (12), 2265-2274.
- Hernández, R. E. et Cool, J. (2008). Effects of cutting parameters on surface quality of paper birch wood machined across the grain with two planing techniques. *Holz als Roh-und Werkstoff*, 66 (2), 147-154.
- Hill, C. A. (2007). *Wood modification: chemical, thermal and other processes* (Vol. 5): John Wiley & Sons. University of Wales Bangor, UK, internationally-renowned expert on wood modification. 260 pp.
- Hristov, V., Krumova, M., Vasileva, S., & Michler, G. (2004). Modified polypropylene wood flour composites. II. Fracture, deformation, and mechanical properties. *Journal of Applied Polymer Science*, 92(2), 1286-1292.
- Hung, K.-C., Wu, T.-L., Chen, Y.-L., & Wu, J.-H. (2016). Assessing the effect of wood acetylation on mechanical properties and extended creep behavior of

- wood/recycled-polypropylene composites. *Construction and Building Materials*, 108, 139-145.
- Ishihara. (1999). Carbon composites. *Concise polymeric materials encyclopedia*, Boca Raton: CRC Press; 1999. 956-968.
- Jakab, E., Varhegyi, G. et Faix, O. (2000). Thermal decomposition of polypropylene in the presence of wood-derived materials. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 56 (2), 273-285.
- Jam, N. (2007). Production of high wood content wood-plastic composite injection molded parts. *Master of Science Thesis of Mechanical Engineering, Tarbiat Modares University, Tehran*.
- Jarusombuti, S. et Ayrilmis, N. (2011). Surface characteristics and overlaying properties of flat-pressed wood plastic composites. *European Journal of Wood and Wood Products*, 69 (3), 375-382.
- Jozsa, L. et Middleton, G. R. (1994). A discussion of Wood quality attributes and their practical implications. Canada - British Columbia Partnership Agreement on Forest Resource Development. *Vancouver, British Columbia (Canada) Forintek Canada Corp.* 42 pp.
- Jozsef, B. et Benjamin A., J. (1982). *Mechanics of wood and wood composites*: Krieger Publishing Company. Melbourne, FL, United States. 712 pp.
- Kaboorani, A., Cloutier, A. et Wolcott, M. (2007). *Effects of water absorption on mechanical properties of high-density polyethylene wood composites*. Communications présentées au Proceedings of the 9th International Conference on Wood & Biofiber Plastic Composites. Forest Products Society. Madison, WI, USA. Mai 21-23.
- Kallakas, H., Martin, M., Goljandin, D., Poltimäe, T., Krumme, A. et Kers, J. (2016). Mechanical and physical properties of thermally modified wood flour reinforced polypropylene composites. *Agronomy Research*, 14 (Special Issue I), 994-1003.
- Karian, H. (2003). *Handbook of polypropylene and polypropylene composites* (2nd éd.), revised and expanded: CRC press. RheTech, Inc. Whitmore Lake, Michigan, USA, 669 pp.
- Kaymakci, A., Ayrilmis, N., & Gulec, T. (2012). Surface properties and hardness of polypropylene composites filled with sunflower stalk flour. *BioResources*, 8(1), 592-602.

- Kellogg, R. M. et Wangaard, F. F. (2007). Variation in the cell-wall density of wood. *Wood and Fiber Science*, 1 (3), 180-204.
- Klyosov, A. A. (2007). *Wood-plastic composites*: John Wiley & Sons, Hoboken, New Jersey. 702 pp.
- Kumar, A., Gupta, A., Sharma, K., Nasir, M. et Khan, T. A. (2013). Influence of activated charcoal as filler on the properties of wood composites. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 46, 34-39.
- Lei, Y., Wu, Q., Yao, F. et Xu, Y. (2007). Preparation and properties of recycled HDPE/natural fiber composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 38 (7), 1664-1674.
- Lewandowski, K., Piszczek, K., Zajchowski, S. et Mirowski, J. (2016). Rheological properties of wood polymer composites at high shear rates. *Polymer Testing*, 51, 58-62.
- Li, H., Liu, X., Legros, R., Bi, X. T., Lim, C. et Sokhansanj, S. (2012). Torrefaction of sawdust in a fluidized bed reactor. *Bioresource technology*, 103 (1), 453-458.
- Li, X., Lei, B., Lin, Z., Huang, L., Tan, S. et Cai, X. (2014). The utilization of bamboo charcoal enhances wood plastic composites with excellent mechanical and thermal properties. *Materials & Design*, 53, 419-424.
- Li, X., Tabil, L. G. et Panigrahi, S. (2007). Chemical treatments of natural fiber for use in natural fiber-reinforced composites: a review. *Journal of Polymers and the Environment*, 15 (1), 25-33.
- Li, Y. (2012). Effect of coupling agent concentration, fiber content, and size on mechanical properties of wood/HDPE composites. *International Journal of Polymeric Materials*, 61 (11), 882-890.
- Lu, K.-M., Lee, W.-J., Chen, W.-H., Liu, S.-H. et Lin, T.-C. (2012). Torrefaction and low temperature carbonization of oil palm fiber and eucalyptus in nitrogen and air atmospheres. *Bioresource technology*, 123, 98-105.
- Lv, S., Tan, H., Gu, J. et Zhang, Y. (2015). Silane modified wood flour blended with poly (lactic acid) and its effects on composite performance. *BioResources*, 10 (3), 5426-5439.
- Mark, J. E. et Erman, B. (2007). *Rubberlike elasticity: a molecular primer* (2nd éd.): Cambridge University Press, New York. 272 pp.

- Maschio, G., Koufopoulos, C. et Lucchesi, A. (1992). Pyrolysis, a promising route for biomass utilization. *Bioresource technology*, 42 (3), 219-231.
- Migneault, S., Koubaa, A., Erchiqui, F., Chaala, A., Englund, K. et Wolcott, M. P. (2008). Effects of processing method and fibre characteristics on microstructure and properties of wood-plastic composites. *The 9th International Conference on Flow Processes in Composite Materials*. 8-10 July.
- Migneault, S., Koubaa, A., Erchiqui, F., Chaala, A., Englund, K. et Wolcott, M. P. (2009). Effects of processing method and fiber size on the structure and properties of wood-plastic composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 40 (1), 80-85.
- Migneault, S., Koubaa, A., Perré, P. et Riedl, B. (2015). Effects of wood fiber surface chemistry on strength of wood-plastic composites. *Applied Surface Science*, 343, 11-18.
- Mohanty, A. K., Misra, M. et Drzal, L. T. (2005). *Natural fibers, biopolymers, and biocomposites*: CRC press. Taylor and Francis Group, boca raton. 876 pp.
- Müller, U., Rätzsch, M., Schwanninger, M., Steiner, M. et Zöbl, H. (2003). Yellowing and IR-changes of spruce wood as result of UV-irradiation. *Journal of Photochemistry and Photobiology B: Biology*, 69 (2), 97-105.
- Mullins, E. et McKnight, T. (1982). *Canadian Woods: Their Properties and Uses*: JSTOR. University of Toronto Press. 389 pp.
- Nachtigall, S. M., Cerveira, G. S. et Rosa, S. M. (2007). New polymeric-coupling agent for polypropylene/wood-flour composites. *Polymer Testing*, 26 (5), 619-628.
- Nair, M. N. B. (1998). Wood anatomy and major uses of wood. *Malaysia.: Faculty of Forestry, Universiti Putra, Malaysia*. 152 pp.
- Ndiaye, D., Diop, B., Thiandoume, C., Fall, P. A., Farota, A. K. et Tidjani, A. (2012). Morphology and thermo mechanical properties of wood/polypropylene composites. *Chapter*, 22, 415-428.
- Newman, R. H. (2004). Homogeneity in cellulose crystallinity between samples of *Pinus radiata* wood: *Holzforschung*. 91-96 pp.
- Nova (2014), nova-Institut GmbH, Version 2014-10, disponible sur : <https://compositesuk.co.uk/system/files/documents/WPC-NFC-Market-Study-Short-Version%202015.pdf>. Page consultée le 27 octobre 2017.

- Oktem, H., Erzurumlu, T. et Uzman, I. (2007). Application of Taguchi optimization technique in determining plastic injection molding process parameters for a thin-shell part. *Materials & design*, 28 (4), 1271-1278.
- Pavia, D. L., Lampman, G. M., Kriz, G. S. et Vyvyan, J. A. (2008). *Introduction to spectroscopy*: Cengage Learning. Belmont. 728 pp.
- Pelit, H., Budakçı, M. et Sönmez, A. (2016). Effects of heat post-treatment on dimensional stability and water absorption behaviours of mechanically densified Uludağ fir and black poplar woods. *BioResources*, 11 (2), 3215-3229.
- Peng, B. L., Dhar, N., Liu, H. L. et Tam, K. C. (2011). Chemistry and applications of nanocrystalline cellulose and its derivatives: A nanotechnology perspective. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, 89 (5), 1191-1206.
- Petrie, E. M. (2000). *Handbook of adhesives and sealants*: McGraw-Hill. Boston. 880 pp.
- Phetkaew, W., Kyokong, B., Khongtong, S. et Mekanawakul, M. (2008). Effect of pre-treatment and heat treatment on tensile and thermal behavior of Parawood strands. *Journal of Science and Technology*, 31 (3), 323-330.
- Pouzet, D. (2011). *Production durable de biomasse: la lignocellulose des poacées*: Editions Quae. Paris. 224 pp.
- Prins, M. J., Ptasiński, K. J. et Janssen, F. J. (2006). Torrefaction of wood: Part 1. Weight loss kinetics. *Journal of analytical and applied pyrolysis*, 77 (1), 28-34.
- Rana, R., Langenfeld-Heyser, R., Finkeldey, R. et Polle, A. (2010). FTIR spectroscopy, chemical and histochemical characterisation of wood and lignin of five tropical timber wood species of the family of Dipterocarpaceae. *Wood Science and Technology*, 44 (2), 225-242.
- Rennecker, S., Zink-Sharp, A. G., Ward, T. C. et Glasser, W. G. (2004). Compositional analysis of thermoplastic wood composites by TGA. *Journal of Applied Polymer Science*, 93 (3), 1484-1492.
- Rodrigues, A., Carvalho, B. d. M., Pinheiro, L. A., Bretãs, R. E., Canevarolo, S. V. et Marini, J. (2013). Effect of compatibilization and reprocessing on the isothermal crystallization kinetics of polypropylene/wood flour composites. *Polimeros*, 23 (3), 312-319.

- Rousset, P., Aguiar, C., Labbé, N. et Commandré, J.-M. (2011). Enhancing the combustible properties of bamboo by torrefaction. *Bioresource technology*, 102 (17), 8225-8231.
- Rousset, P., Perré, P. et Girard, P. (2004). Modification of mass transfer properties in poplar wood (*P. robusta*) by a thermal treatment at high temperature. *Holz als Roh-und Werkstoff*, 62 (2), 113-119.
- Saddem, Mourad (2017). Étude des effets de la variabilité de la fibre et de lamatrice sur les propriétés des composites bois polymère. Thèse de doctorat. Rouyn-Noranda, Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue, Environnement, 210 pp.
- Salisbury, F. B. et Ross, C. W. (1992). *Plant Physiology*. 4th. Wadsworth Pub. Co. Fresno, CA, U.S.A. 982 pp.
- Shenoy, A. V. (2013). *Rheology of filled polymer systems*: Springer Science & Business Media, Dordrecht. 475 P. Disponible en ligne : <https://www.researchgate.net/file.PostFileLoader.html?id=5804be1deae39892d3aa1f1&assetKey=AS%3A418148672131074%401476705820673>.
- Sherman, L. M. (2004). Wood-filled plastics: they need the right additives for strength, good looks & long life. *Plastics technology-New York*, 50 (7), 52-59.
- Silva, K. (2011). *Environmentally friendly packaging materials from renewable resources as alternatives for oil-based polymers*. Thèse de doctorat, Brunel University. 350 pp.
- Soucy, J. (2007). *Potentiel d'utilisation des fibres de papier dans la conception de composites bois polymères par une technique d'extrusion*. Mémoire de maîtrise, Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue, 149 pp.
- Soucy, J. (2015). *Utilisation des résidus papetiers de diverses sources pour la production de matériaux composites bois-polymère*. Thèse de doctorat, Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue. 248 pp.
- Soury, E., Behraves, A. H., Rizvi, G. M. et Jam, N. J. (2012). Rheological investigation of wood-polypropylene composites in rotational plate rheometer. *Journal of Polymers and the Environment*, 20 (4), 998-1006.
- Spivey, C. (2011). *Plastics Research Review*. Page consultée le 26 octobre 2017 de <https://www.bccresearch.com/market-research/plastics/2011-plastics-research-review-pls051b.html>.

- Stark, N. M. et Rowlands, R. E. (2003). Effects of wood fiber characteristics on mechanical properties of wood/polypropylene composites. *Wood and fiber science*, 35 (2), 167-174.
- Takatani, M., Ikeda, K., Sakamoto, K. et Okamoto, T. (2008). Cellulose esters as compatibilizers in wood/poly (lactic acid) composite. *Journal of wood science*, 54 (1), 54-61.
- Talimi, M. (2011). *Characterization of lightweight, biodegradable natural fibre-reinforcement reinforced composites*. Master of Applied Science Thesis of Mechanical Engineering, University of Ontario Institute of Technology, Oshawa. 114 pp.
- Tjeerdsma, B. et Militz, H. (2005). Chemical changes in hydrothermal treated wood: FTIR analysis of combined hydrothermal and dry heat-treated wood. *Holz als roh-und Werkstoff*, 63 (2), 102-111.
- Trotignon, J. (1996). P., Verdu, J., Dobracinsky, A., Piperaud, M. *Matieres Plastiques. Structures-proprietes, Mise en oeuvre, Normalisation*, 85-89.
- Tufan, M., Akbaş, S., Yurdakul, S., Güleç, T. et Eryılmaz, H. (2016a). Effects of different filler types on decay resistance and thermal, physical, and mechanical properties of recycled high-density polyethylene composites. *Iranian Polymer Journal*, 25 (7), 615-622.
- Tufan, M., Güleç, T., Peşman, E. et Ayrilmis, N. (2016b). Technological and thermal properties of thermoplastic composites filled with heat-treated alder wood. *BioResources*, 11 (2), 3153-3164.
- Wang, Z., Cao, J. et Wang, J. (2009). Pyrolytic characteristics of pine wood in a slowly heating and gas sweeping fixed-bed reactor. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 84 (2), 179-184.
- Wannapeera, J., Fungtamasan, B. et Worasuwannarak, N. (2011). Effects of temperature and holding time during torrefaction on the pyrolysis behaviors of woody biomass. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 92 (1), 99-105.
- Wechsler, A. et Hiziroglu, S. (2007). Some of the properties of wood-plastic composites. *Building and Environment*, 42 (7), 2637-2644.
- Winandy, J., Stark, N. et Clemons, C. (2004). *Considerations in recycling of wood-plastic composites*. Communications présentées au 5th global wood and natural fiber composites symposium. April 27-28.

- Wolcott, M., Chowdhury, M., Harper, D., Heath, R. et Rials, T. (2001). *Coupling agent/lubricant interactions in commercial woodfiber–plastic composite formulations*. Communications présentées au Proceedings of the Sixth International Conference on Woodfiber–Plastic Composites, Madison. 197-204.
- WSP 2014, FPInnovations. Pierre Poulin Conseil. *Étude sur la production et la commercialisation du biocharbon et ses dérivés*, Rapport présenté à la Filière forestière des Premières Nations du Québec, 151 pp. disponible sur le lien : <http://www.foretmodeledulacsaintjean.ca/donnees/media/fichiers/2015/214-2131%20-%20Rapport%20final%20Faisabilite%20Biocharbon.pdf>
- Youngquist, J. A. (1999). Wood-based composites and panel products. *Wood Handbook: Wood as an Engineering Material*. Madison, WI: U.S. Department of Agriculture, Forest Service, Forest Products Laboratory. 463 pp.
- Yuan, Y. et Lee, T. R. (2013). Contact angle and wetting properties. Dans *Surface science techniques*: Springer Berlin, Heidelberg. 3-34 pp.
- Zhang, S., Zhang, Y., Bousmina, M., Sain, M. et Choi, P. (2007). Effects of raw fiber materials, fiber content, and coupling agent content on selected properties of polyethylene/wood fiber composites. *Polymer Engineering & Science*, 47 (10), 1678-1687.
- Zobel, B. (1981). *Wood quality from fast-grown plantations*. Tappi. North Carolina State university, School of Forest Resources, Raleigh. 64 (1).

ANNEXES

Annexe 1 : Paramètres d'injection

| Paramètres | PEHD | PP |
|--|---------------------------------|---------------------------------|
| Température moule : (°C) | 20 | 20 |
| Pression d'injection : (bar) | 900 à 1325 | 1300 à 1400 |
| Pression de maintien : (bar) | 450 à 600 | 600 à 925 |
| Contre pression : (bar) | 100 | 100 |
| Temps d'injection : (s) | 0,8 à 1,9 | 0,8 à 1,9 |
| Temps de maintien : (s) | 11 | 11 |
| Temps de refroidissement : (s) | 17 | 17 |
| Temps de cycle total : (s) | 33,2 à 33,6 | 33,3 à 34,4 |
| Volume de dosage : (cm ³) | 18/26/34/41 | 18,5/26/34/41 |
| Volume de décompression : (cm ³) | 5 | 5 |
| Vitesse de rotation de la vis : (RPM) | 215 | 215 |
| Coussin : (cm ³) | 1,8 à 4,9 | 1,6 à 5,2 |
| Profil de température | (Buse)190/190/ 190/190/170°C | (Buse)205/205/ 205/205/185°C |

Annexe 2: Pourcentage pondéral de chaque matière dans les mélanges

| N° | Température (°C) | Polymère | Fibre de bois (%) | Agent de couplage (%) | |
|----|---------------------|--------------|----------------------|-----------------------|------------------|
| | | | | Fusabond 226DE | Admer at2305A |
| 1 | Témoin | 100% PEHD | 0 | 0 | 0 |
| 2 | Témoin | 100% PP | | | |
| 3 | Témoin | 67% PEHD | 30 | 3 | 0 |
| 4 | 315 | | | | |
| 5 | 400 | | | | |
| 6 | 445 | | | | |
| 7 | Témoin | 67% PP | | 0 | 3 |
| 8 | 315° | | | | |
| 9 | 400 | | | | |
| 10 | 445 | | | | |
| 11 | Témoin | 57% PEHD | 40% | 3 | 0 |
| 12 | 315 | | | | |
| 13 | 400 | | | | |
| 14 | 445 | | | | |
| 15 | Témoin | 57% PP | | 0 | 3 |
| 16 | 315 | | | | |
| 17 | 400 | | | | |
| 18 | 445 | | | | |
| 19 | Témoin | 47% PEHD | 50% | 3 | 0 |
| 20 | 315 | | | | |
| 21 | 400 | | | | |
| 22 | 445 | | | | |
| 23 | Témoin | 47% PP | | 0 | 3 |
| 24 | 315 | | | | |
| 25 | 400 | | | | |
| 26 | 445 | | | | |

Annexe 3: Propriétés en traction et énergie d'impact des CBP

| Polymère | Teneur en fibre (%) | Température (°C) | MOE (GPa) | | MOR σ (MPa) | | ϵ (%) | | Énergie d'impact (kJ/m ²) | |
|----------|---------------------|------------------|-----------|------------|--------------------|------------|----------------|------------|---------------------------------------|------------|
| | | | Moyenne | Écart-type | Moyenne | Écart-type | Moyenne | Écart-type | Moyenne | Écart-type |
| PEHD | 0 | - | 0,5 | 0 | 18,5 | 0,5 | 8 | 0,7 | 73,0 | 0 |
| | 30 | Témoin | 2,3 | 0,1 | 31,5 | 0,4 | 2,8 | 0,1 | 20 | 1,6 |
| | | 315 | 2 | 0,1 | 28,7 | 0,9 | 2,8 | 0,2 | 19,8 | 1,3 |
| | | 400 | 1,4 | 0 | 25,3 | 0,4 | 3,1 | 0,1 | 21,7 | 2 |
| | | 450 | 1,2 | 0,1 | 23,4 | 0,3 | 3,5 | 0,3 | 23,6 | 3,7 |
| | 40 | Témoin | 3,6 | 0,1 | 36,6 | 0,6 | 2,3 | 0 | 18,2 | 1,5 |
| | | 315 | 3,2 | 0,1 | 32,1 | 0,6 | 2,1 | 0,1 | 15,9 | 1,7 |
| | | 400°C | 1,9 | 0 | 27,1 | 0,3 | 2,6 | 0,3 | 17,3 | 2,5 |
| | | 450°C | 1,7 | 0 | 20,3 | 0,6 | 2,7 | 0,3 | 17,1 | 1,4 |
| | 50 | Témoin | 4,9 | 0,3 | 42,1 | 0,7 | 2 | 0,1 | 16 | 2 |
| | | 315 | 4,6 | 0,2 | 36,5 | 0,4 | 1,6 | 0,1 | 13,3 | 1,9 |
| | | 400 | 2,1 | 0 | 28,4 | 0,3 | 2,2 | 0,2 | 15,7 | 1,8 |
| | | 450 | 1,4 | 0,1 | 24,4 | 0,7 | 2,8 | 0,2 | 17,8 | 2,2 |
| PP | 0 | - | 1,7 | 0,1 | 32,8 | 1,4 | 5,9 | 0,2 | 73 | 0 |
| | 30 | Témoin | 4,3 | 0,3 | 49,5 | 0,9 | 2,8 | 0,2 | 19,4 | 1,2 |
| | | 315 | 5,3 | 0,2 | 51,2 | 0,4 | 2,3 | 0 | 15,5 | 2 |
| | | 400 | 3 | 0,1 | 40,0 | 0,3 | 2,5 | 0,1 | 13,7 | 2,3 |
| | | 450°C | 2,6 | 0,1 | 37,3 | 0,3 | 2,3 | 0 | 11,2 | 1,6 |
| | 40 | Témoin | 5 | 0,1 | 54,8 | 0,4 | 2,3 | 0,1 | 18,7 | 1,8 |
| | | 315 | 4 | 0,1 | 47 | 0,7 | 2,4 | 0 | 17 | 1 |
| | | 400 | 3,2 | 0,1 | 41 | 0,6 | 2,1 | 0,2 | 12,2 | 0,7 |
| | | 450 | 3,1 | 0,1 | 37,6 | 0,6 | 1,8 | 0 | 9,5 | 0,9 |
| | 50 | Témoin | 6,2 | 0,1 | 56,8 | 0,6 | 2,1 | 0,1 | 16,6 | 1 |
| | | 315 | 6,7 | 0,6 | 55,5 | 1,7 | 1,8 | 0 | 14,7 | 1,1 |
| | | 400 | 4,2 | 0,2 | 43 | 1,1 | 1,7 | 0,1 | 10,6 | 1,3 |
| | | 450 | 3,6 | 0,1 | 38 | 0,2 | 1,5 | 0 | 8,5 | 0,8 |

Annexe 4: Propriétés en flexion des CBP

| Polymère | Teneur en fibre (%) | Température (°C) | MOE (GPa) | | MOR σ (MPa) | | ϵ (%) | |
|----------|---------------------|------------------|-----------|------------|--------------------|------------|----------------|------------|
| | | | Moyenne | Écart-type | Moyenne | Écart-type | Moyenne | Écart-type |
| PEHD | 0 | - | 0,5 | 0 | 16,5 | 0,2 | 4,9 | 0 |
| | 30 | Témoin | 1,9 | 0,1 | 38,6 | 0,9 | 4,3 | 0,1 |
| | | 315 | 1,7 | 0,2 | 35,7 | 1,9 | 4,1 | 0,1 |
| | | 400 | 1,3 | 0,1 | 29,2 | 1,5 | 4,7 | 0,6 |
| | | 450 | 1,1 | 0,1 | 27 | 1,3 | 4,9 | 0,4 |
| | 40 | Témoin | 2,4 | 0 | 46 | 0,6 | 4 | 0 |
| | | 315 | 2,4 | 0,1 | 42,7 | 1 | 4 | 0 |
| | | 400°C | 1,6 | 0,1 | 33,3 | 1,2 | 4,2 | 0,1 |
| | | 450°C | 1,4 | 0,1 | 30,4 | 0,9 | 4,1 | 0,1 |
| | 50 | Témoin | 3,5 | 0,3 | 53,3 | 2,7 | 3,7 | 0,2 |
| | | 315 | 3,6 | 0,1 | 51,2 | 1 | 3,1 | 0,1 |
| | | 400 | 1,7 | 0 | 35,8 | 0,6 | 4 | 0,1 |
| | | 450 | 1,3 | 0,1 | 29,6 | 0,9 | 4,6 | 0,6 |
| PP | 0 | - | 1,4 | 0,1 | 36,1 | 1,8 | 5,1 | 0,1 |
| | 30 | Témoin | 3,6 | 0,1 | 71,2 | 1,8 | 3,9 | 0 |
| | | 315 | 4,3 | 0,1 | 74,7 | 1,1 | 3,2 | 0 |
| | | 400 | 2,6 | 0,1 | 58,3 | 0,5 | 3,9 | 0 |
| | | 450°C | 2,4 | 0,1 | 54,7 | 0,8 | 3,9 | 0 |
| | 40 | Témoin | 4,2 | 0,3 | 76,7 | 2 | 3,6 | 0,2 |
| | | 315 | 3,5 | 0,2 | 68,4 | 1,5 | 3,9 | 0,1 |
| | | 400 | 2,9 | 0,1 | 62,9 | 1 | 3,9 | 0,1 |
| | | 450 | 2,6 | 0,1 | 57,4 | 0,8 | 3,3 | 0,1 |
| | 50 | Témoin | 4,9 | 0,1 | 82,9 | 0,9 | 3,1 | 0,1 |
| | | 315 | 5,6 | 0,1 | 84 | 1,8 | 2,6 | 0 |
| | | 400 | 3,4 | 0,1 | 65,7 | 0,7 | 2,8 | 0,1 |
| | | 450 | 2,9 | 0,1 | 58,3 | 0,7 | 2,7 | 0,1 |

Annexe 5: Gain massique des composites bois-polymères avec des teneurs variables en fibres et différentes températures de traitement.

| Taux de fibres (%) | Température (°C) | Type de polymère | Gain massique (%) | | | | | | |
|------------------------------|------------------|------------------|-------------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| | | | 48 h | 1 mois | 2 mois | 3 mois | 4 mois | 5 mois | 6 mois |
| Effet de la température | | | | | | | | | |
| 40 | Témoin | PP | 0,3 | 1,19 | 1,74 | 2,19 | 2,56 | 3,19 | 3,41 |
| 40 | 315 | | 0,16 | 0,63 | 0,92 | 1,15 | 1,33 | 1,6 | 1,7 |
| 40 | 400 | | 0,19 | 0,75 | 1,13 | 1,4 | 1,57 | 1,91 | 2,07 |
| 40 | 445 | | 0,23 | 0,9 | 1,36 | 1,66 | 1,92 | 2,25 | 2,42 |
| Effet de la teneur en fibres | | | | | | | | | |
| 30 | 400 | PEHD | 0,17 | 0,55 | 0,8 | 1 | 1,15 | 1,36 | 1,46 |
| 40 | 400 | | 0,25 | 0,69 | 1,02 | 1,24 | 1,44 | 1,73 | 1,83 |
| 50 | 400 | | 0,23 | 0,95 | 1,41 | 1,71 | 1,98 | 2,38 | 2,5 |
| Effet du type de polymère | | | | | | | | | |
| 50 | 445 | PEHD | 0,18 | 0,74 | 1,12 | 1,36 | 1,57 | 1,88 | 1,98 |
| 50 | 445 | PP | 0,3 | 1,23 | 1,86 | 2,26 | 2,62 | 3,15 | 3,3 |

Annexe 6: Résultats de la calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

| Polymère | Teneur en fibre (%) | Température (°C) | T _{m1} (°C) | T _{m2} (°C) | T _{c1} (°C) | T _{oc} (°C) | ΔH _{c2} (J/g) | ΔH _{m2} (J/g) | X _c (%) |
|----------|---------------------|------------------|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|------------------------|------------------------|--------------------|
| PEHD | 0 | - | 127,54 | 127,63 | 108,89 | 115,23 | 203 | 194,1 | 66,2 |
| | 30 | Témoin | 130,54 | 130,73 | 112,78 | 115,39 | 109,5 | 105,5 | 51,4 |
| | | 315 | 127,67 | 127,06 | 111,35 | 113,38 | 122,4 | 117,5 | 57,3 |
| | | 400 | 127 | 127 | 111,64 | 113,31 | 123,7 | 120 | 58,5 |
| | | 450 | 129,74 | 130,33 | 113,96 | 115,93 | 119,6 | 111,4 | 54,3 |
| | 40 | Témoin | 128,91 | 128,61 | 110,93 | 113,38 | 119,8 | 117,4 | 66,8 |
| | | 315 | 131,04 | 130,72 | 108,84 | 112,4 | 102,2 | 97,75 | 55,6 |
| | | 400°C | 130,09 | 129,06 | 110,94 | 113,06 | 117,4 | 117,3 | 66,7 |
| | | 450°C | 130,36 | 128,93 | 111,57 | 113,54 | 117,3 | 113,4 | 64,5 |
| | 50 | Témoin | 129,33 | 129,91 | 109,41 | 112,87 | 104,3 | 96,4 | 65,8 |
| | | 315 | 128,92 | 129,43 | 109,26 | 112,68 | 96,38 | 88,22 | 60,2 |
| | | 400 | 131,14 | 129,63 | 110,72 | 113,03 | 100,3 | 98,43 | 67,2 |
| | | 450 | 131 | 129,59 | 111,18 | 113,4 | 103,3 | 98 | 66,9 |
| PP | 0 | - | 165,33 | 163,98 | 123,17 | 126,47 | 110 | 100,1 | 47,9 |
| | 30 | Témoin | 166 | 163,48 | 114,96 | 120,15 | 65,21 | 61,17 | 41,8 |
| | | 315 | 164,8 | 163,33 | 116,85 | 121,79 | 55,65 | 51,5 | 35,2 |
| | | 400 | 166,76 | 164,77 | 117,1 | 122,31 | 61,04 | 58,76 | 40,2 |
| | | 450°C | 165,65 | 164,09 | 118,75 | 123,41 | 70,61 | 68,05 | 46,5 |
| | 40 | Témoin | 165,6 | 164,58 | 116,08 | 121,25 | 44,83 | 45,76 | 36,5 |
| | | 315 | 167,83 | 165,89 | 117,19 | 122,46 | 47,63 | 42,6 | 34 |
| | | 400 | 166,61 | 165 | 114,94 | 119,78 | 63,24 | 58,22 | 46,4 |
| | | 450 | 165,06 | 164,72 | 119,19 | 124,43 | 55,74 | 57,01 | 45,5 |
| | 50 | Témoin | 163,97 | 163,22 | 118,55 | 123,74 | 46,52 | 45,93 | 44,0 |
| | | 315 | 165,14 | 163,88 | 117,74 | 122,61 | 44,78 | 45,67 | 43,7 |
| | | 400 | 165,15 | 163,36 | 119,58 | 124,54 | 62,33 | 55 | 52,6 |
| | | 450 | 167,14 | 165,86 | 118,46 | 123,46 | 58,04 | 54,01 | 51,7 |

On note que :

$T_m 1$: la température de la 1^{ère} fusion.

$T_m 2$: la température de la 2^{ème} fusion.

T_c : la température de la 2^{ème} cristallisation.

X_c : le taux de la cristallisation.

ΔH_{c2} : enthalpies de la deuxième cristallisation.

ΔH_{m2} : enthalpies de la deuxième fusion.

T_{oc} : Début de la cristallisation

Annexe 7: Résultats de l'angle de contact des CBP

| Fibre de bois (%) | Polymère | Température (°C) | Angle de contact (°) | Écart-Type (°) | |
|-------------------|----------|------------------|----------------------|----------------|------|
| 0 | PE | Témoin | 82,4 | 7,05 | |
| 0 | PP | Témoin | 78,5 | 6,27 | |
| 30 | PE | Témoin | 72,96 | 4,93 | |
| | | 315 | 74,94 | 3,65 | |
| | | 400 | 76,9 | 5,34 | |
| | | 450 | 87,7 | 7,99 | |
| | PP | Témoin | 87,74 | 7,38 | |
| | | 315 | 83 | 7,10 | |
| | | 400 | 88,02 | 5,27 | |
| | | 450 | 91,66 | 3,67 | |
| | 40 | PE | Témoin | 72,72 | 5,15 |
| | | | 315 | 77,38 | 7,24 |
| 400 | | | 87,82 | 5,22 | |
| 450 | | | 81,52 | 4,82 | |
| PP | | Témoin | 87,66 | 8,47 | |
| | | 315 | 79,36 | 6,03 | |
| | | 400 | 93,46 | 2,09 | |
| | | 450 | 92,86 | 4,91 | |
| 50 | PE | Témoin | 79,86 | 3,58 | |
| | | 315 | 80,68 | 6,90 | |
| | | 400 | 92,46 | 7,09 | |
| | | 450 | 97,96 | 5,37 | |
| | PP | Témoin | 85,94 | 6,76 | |
| | | 315 | 85,74 | 3,54 | |
| | | 400 | 102,32 | 5,77 | |
| | | 450 | 105,96 | 7,41 | |